

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS DE
TELECOMUNICACIÓN**

**TRANSPORTE DEPENDIENTE DE ESPÍN EN
ESTRUCTURAS DE MAGNETORRESISTENCIA
GIGANTE CON CAPAS DELGADAS DE
GADOLINIO**

TESIS DOCTORAL

**MIGUEL ROMERA RABASA
LICENCIADO EN FÍSICA
2012**

Departamento de Ingeniería Electrónica
ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS DE
TELECOMUNICACIÓN

**TRANSPORTE DEPENDIENTE DE ESPÍN EN
ESTRUCTURAS DE MAGNETORRESISTENCIA
GIGANTE CON CAPAS DELGADAS DE
GADOLINIO**

Miguel Romera Rabasa

Licenciado en Física

Dirigida por:

José Luis Prieto Martín

Doctor en Física

A mi madre, a mi padre y a Andrea

AGRADECIMIENTOS

Hay un gran número de personas a las que quiero agradecer su apoyo, ayuda y confianza a lo largo de esta tesis. Algunas han participado o colaborado en ella de forma muy significativa, y otras simplemente me han apoyado y animado cuando ha sido necesario. Antes de empezar a escribir este breve espacio ya soy consciente de que lo que pueda decir en él no logrará plasmar lo agradecido que estoy a todos ellos.

En primer lugar, no sé qué habría sido de mi tesis si no hubiera sido dirigida por alguien tan paciente, ordenado y trabajador incansable como es José Luis. Siempre ha tenido claro el camino a seguir y ha conseguido que en ningún momento de la tesis me haya sentido perdido, lo cual es muchísimo más inusual de lo que se podría pensar. Gracias por tu paciencia y por tu cercanía a nivel humano, mucho más necesaria para un doctorando que cualquier consejo o enseñanza técnica. En segundo lugar tengo que mencionar a Manuel Muñoz, que en ocasiones ha actuado de cuasi-codirector o de *El Subdirector*, como le conocen en el Colegio de España. Gracias por las discusiones científicas, por tu buen humor y por ponerme en contacto con el grupo de estancia en Francia.

Sin lugar a dudas uno de mis primeros comentarios tiene que tener el nombre y apellidos de Marco Maicas. No hay cosa más importante que estar a gusto con los compañeros de trabajo, y es absolutamente imposible no estar a gusto con Marco. Además de agradecerte las discusiones científicas y el trabajo conjunto, quiero hacer especial hincapié en lo que he agradecido tener una persona así en mi grupo de trabajo. Es la persona que me introdujo en el grupo y su calidad humana, encanto y simpatía fueron un factor muy importante para decidir hacer aquí la tesis. Gracias por todo.

El final de esta sección dedicada a la parte del grupo más próxima a mi tesis, queda para agradecer su apoyo a los catedráticos Claudio y Pedro. Claudio, tu cabeza es un genial e improbable batiburrillo de grandes ideas científicas, divertidas anécdotas y chistes verdes de buen gusto. Cuando al inicio de mi tesis me comentabas alguna idea científica que se te había ocurrido, no entendía absolutamente nada de lo que decías y me parecía que debía ser una genialidad. Con el tiempo conseguí llegar a entender alguna cosa, y me lo siguió pareciendo. Pedro, muchas gracias por tu simpatía y buen humor constante,

y por darme apoyo y libertad (a pesar de mis dudas) cuando me tocó participar en las clases de laboratorio.

Tengo que agradecer a mucha más gente del Grupo de Dispositivos Magnéticos y del Departamento (¡pero se me acaba el espacio!). A Rocío, sin cuya perseverancia el artículo de Py/Mo no sé habría publicado aún... (y no habría ido a Chicago). A David Ciudad, que siempre se ha portado de forma excelente conmigo, ya estuviera en Leeds, Boston o Tegucigalpa. Le debo un millón de cañas... A Johanna, ¡mucho ánimo que te queda menos de lo que crees! A Mari Mar, por su buen humor, a Lucas y a Manuel Plaza por su ayuda siempre que la he necesitado, a Mari Carmen y Eloísa... a Ángela, a Oscar de Abril, a Miguel González... a Manolo que se fió de mí en el laboratorio...

A la gente del ISOM, desde los doctorandos que me hicieron estar a gusto cuando empecé hasta los que han entrado más tarde y me hacen estar a gusto ahora, sin olvidar a los técnicos tan majos que hemos tenido la suerte de tener. No hay espacio para que nombre a todo el que se lo merece y no quiero ser injusto, así que... gracias a todos!!

Por último, tengo que agradecer a la gente que se ha atrevido a adoptarme temporalmente en su laboratorio. Del grupo de Paris, mención especialísima para Julie Grollier y Vincent Cross. Además de ser de las personas que más saben de espintrónica del mundo, me han tratado increíblemente bien y ha sido un placer en todos los sentidos trabajar con ellos. Muchas gracias por darme la oportunidad. Del grupo de York, gracias a Kevin O'Grady que me permitió trabajar allí cuando yo estaba poco menos que empezando y sin duda iba a aprender bastante más de lo que iba a aportar.

Terminados los agradecimientos a la gente que de un modo u otro me ha servido de apoyo en el apartado científico, tengo que decir que me siento igual de agradecido o más a la gente que me ha hecho disfrutar de la vida a lo largo de estos años.

Esta tesis y todo lo que he hecho en mi vida se lo debo enterito a mi madre y a mi padre. No os puedo estar más agradecido por vuestro apoyo infinito en todas las circunstancias y ante cualquier situación. No se puede sentir uno más arropado en todo momento y, como bien sabe Millás, el que siente calor de niño siente calor toda la vida.

Gracias por haberme mandado a conocer mundo desde bien pequeño, los mejores momentos de mi vida se los debo a eso. ¡Y muchas gracias por ser tan simpáticos!

A Andreita!! Porque me encanta tener una hermanita tan especial. Mi personalidad y mucho de lo que soy está para siempre marcado por haber crecido contigo. Gracias por ser así y por estar en mi vida.

Por último gracias a los amigos que en un momento u otro me apoyan, escuchan, soportan, animan y/o divierten. A Charly, sin el que la tesis habría sido totalmente diferente. Por todas esas comidas (las de risas y las de compartir dudas existenciales), por los viajes, la aventura del piso... (y en estas últimas cosas entra también Mike). A Lucía, que durante mucho tiempo fue un apoyo y soportó mi tesis. Manu, ¡siento haberte metido en esto...! A los que durante estos años me han alegrado tardes, noches y veranos; Etor, Cruz, Silvi, Ferju, Javi, Bea... a los amigos de Erasmus, los del cole, los de la Universidad...

Merci beaucoup!

Resumen

La investigación realizada en este trabajo de tesis se ha centrado en la caracterización y optimización del sistema Fe/Gd/Fe y en el estudio de su efecto en el transporte dependiente de espín y en la transferencia de espín (STT) en dispositivos magnéticos.

El fenómeno de STT, uno de los grandes descubrimientos de la espintrónica, se basa en la transferencia de momento angular de una corriente polarizada de espín a la imanación local de un material magnético. Este efecto se traduce en que una corriente polarizada de espín puede provocar variaciones en la imanación del material sin necesidad de campo magnético aplicado. Este fenómeno necesita una densidad de corriente muy alta, de manera que sus efectos solo se observan en dispositivos de tamaño nanométrico a partir de la llamada *densidad de corriente crítica*. El STT tiene un gran potencial tecnológico para distintas aplicaciones, como emisores de radiofrecuencia para comunicación in-chip o memorias magnéticas alternativas, en que se podría leer y escribir la información únicamente mediante corriente, sin necesidad de aplicar campo magnético ni utilizar bobinas de detección. Desde el punto de vista de este tipo de aplicaciones hay un gran interés en disminuir la densidad de corriente crítica a la que empieza a observarse el efecto. Sin embargo, hay otro tipo de dispositivos en que el STT supone un problema o factor limitante. Este es el caso de las cabezas lectoras de ordenador, en las que a partir de la densidad de corriente crítica aparece ruido e inestabilidad adicional en la señal inducidos por STT, lo que limita su sensibilidad. Para este tipo de aplicación, se desea por tanto que la corriente crítica a partir de la cual aparece ruido e inestabilidad adicional en la señal sea tan grande como sea posible.

El Gd (y especialmente el sistema Fe/Gd/Fe) tiene unas características muy particulares con potencial para afectar varias propiedades relacionadas con la densidad de corriente crítica de un dispositivo de STT. Por este motivo, resulta interesante introducir la tricapa Fe/Gd/Fe en la capa libre de este tipo de dispositivos y estudiar cómo afecta a su estabilidad.

Para ello, una primera parte del trabajo se ha centrado en la exhaustiva caracterización del sistema Fe/Gd/Fe y la optimización de sus propiedades de cara a su introducción en la capa libre de dispositivos de STT.

Por otro lado, la intención final es alterar o controlar el efecto de transferencia de espín en un dispositivo afectando lo menos posible al resto de las propiedades intrínsecas de su funcionamiento (por ejemplo, al valor de su magnetorresistencia). Por tanto, ha sido necesario estudiar los efectos del sistema Fe/Gd/Fe en el transporte de espín y determinar la manera de introducir la tricapas en el dispositivo optimizando el resto de sus propiedades o afectándolas lo menos posible.

Finalmente, hemos introducido el sistema Fe/Gd/Fe en la capa libre de nanodispositivos y hemos estudiado su efecto en la corriente crítica de inestabilidad por STT. Los resultados muestran que estas tricapas Fe/Gd/Fe pueden suponer una solución potencial para los problemas de estabilidad de algunos nanodispositivos magnéticos como las cabezas lectoras magnéticas.

Abstract

The research activity of this thesis was focused on the characterization and optimization of the system Fe/Gd/Fe and the study of its effect on the spin dependent transport and spin transfer torque (STT) phenomena on magnetic devices.

The STT is based on the transfer of angular momentum from a spin polarized current to the local magnetization of a magnetic material. One of the main consequences is that a spin polarized current can promote variations in the magnetization of the magnetic material without any magnetic field applied. This phenomenon needs high current density, so its effects are only observed in nanometer-size devices for applied currents higher than a threshold value called *critical current density*. The STT has a huge technological potential for different applications, like radiofrequency emitters for in-chip communication or novel magnetic memories in which both the reading and the writing could be achieved by electrical current. From the point of view of these applications, there is a great interest on decreasing the critical current at which the STT effects are observed. On the other hand, there are other applications where the STT becomes a problem or limiting factor. This is the case for magnetic reading heads, where the critical current density sets the onset of additional noise and instability induced by STT which becomes a limitation to sensitivity. For these applications, the wish is to increase the critical current of additional instability as much as possible.

Gadolinium (and specially the system Fe/Gd/Fe) has very particular characteristics which might affect several properties related to the critical current density of a STT device. For this reason it would be interesting to introduce the system Fe/Gd/Fe in the free layer of STT devices to study its effect on the free layer stability.

With this aim, the first part of the work was focused on the exhaustive characterization of the system Fe/Gd/Fe when introduced in the free layer of STT devices.

On the other hand, the final goal was to alter the spin transfer in the device affecting as little as possible its other intrinsic properties (for example, the magnetoresistance value). Therefore, it was necessary to study the effects of the tri-layer Fe/Gd/Fe on the spin transport and determine the best way to introduce it in the structure minimizing its effect on other characteristics.

Finally, the system Fe/Gd/Fe was introduced in the free layer of magnetic nanodevices and its effect on the critical current of STT instability was studied. The results show that Fe/Gd/Fe trilayers might constitute a potential solution for the stability problems of some magnetic nanodevices, as magnetic reading heads.

Índice

1. Introducción.....	1
1.1. Introducción general	1
1.2. Magnetorresistencia gigante	4
1.3. <i>Spin valves</i>	8
1.3.1. <i>Exchange bias</i>	10
1.3.2. Otros aspectos.....	12
1.4. El efecto de transferencia de espín.....	14
1.5. Estabilización de la capa libre en dispositivos de transferencia de espín	17
1.6. Potencial del sistema Fe/Gd/Fe.....	18
1.7. Objetivos de la tesis doctoral	19
1.8. Estructura de la memoria	21
1.9. Referencias.....	23
 2. Técnicas experimentales	 27
2.1. Técnicas de fabricación.....	28
2.1.1. Técnicas de crecimiento	28
2.1.2. Técnicas de procesado de dispositivos	31
2.2. Técnicas de caracterización	34
2.2.1. Caracterización magnética.....	34
2.2.2. Caracterización estructural	38
2.2.3. Caracterización eléctrica.....	41
2.3. Referencias.....	45

3. Optimización del crecimiento de estructuras y caracterización.....47

3.1. Introducción	47
3.2. Optimización del crecimiento de estructuras	47
3.2.1. <i>Spin valves</i> de estructura Py/Cu/Py/FeMn.....	48
3.2.2. <i>Spin valves</i> basadas en el sistema IrMn/CoFe	61
3.3. Caracterización de estructuras	69
3.3.1. Cálculo de la constante de anisotropía (K_{AFM}) del IrMn mediante la caracterización magnética de una <i>spin valve</i>	69
3.3.2. Caracterización magnética y estructural de multicapas de Ni _{1-x} Fe _x /Fe(t)/Gd. Efecto del Fe en el comportamiento magnético del Gd	82
3.3.3. Caracterización magnética de multicapas Permalloy/Molibdeno crecidas por <i>sputtering</i>	93
3.4. Referencias.....	102

4. Caracterización eléctrica de *spin valves* con configuración CIP.

Efecto en la MR de insertar una capa ultradelgada de Gd en la capa libre.....107

4.1. Introducción	107
4.2. Condiciones experimentales	109
4.3. Resultados experimentales y discusión.....	110
4.4. Caracterización estructural por STEM.....	119
4.5. Conclusiones	121
4.6. Referencias.....	123

5. Caracterización magnética del sistema Fe/Gd/Fe mediante medidas eléctricas en una doble *spin valve* (DSV)..... 125

5.1. Introducción	125
5.1.1. Multicapas de Fe/Gd.....	125
5.1.2. Caracterización con medidas de transporte	130
5.2. Condiciones experimentales	131
5.3. Espesor de Gd que se mantiene ferromagnético por encima de su T_C en contacto con Fe	134
5.3.1. Introducción.....	134
5.3.2. Resultados experimentales y discusión	135
5.4. Reducción de la imanación de saturación del Gd en tricapas Fe/Gd/Fe.....	143
5.5. Conclusiones	146
5.6. Referencias.....	148

6. Caracterización eléctrica de estructuras con configuración CPP. Transferencia de espín (STT) en nanopilares y estabilización de la capa libre al insertar la tricapa Fe/Gd/Fe..... 151

6.1. <i>Spin valves</i> microscópicas con configuración CPP	151
6.1.1. Introducción.....	151
6.1.2. Método de fabricación por grabado de dispositivos <i>spin valve</i> con configuración perpendicular al plano (CPP)	152
6.1.3. Caracterización eléctrica.....	156
6.2. Nanopilares	159
6.2.1. Introducción.....	159
6.2.2. Método de fabricación de nanopilares magnéticos	161

6.2.3.	Caracterización eléctrica. Medidas de transporte	164
6.3.	Conclusiones.....	196
6.4.	Diagramas de estabilidad de otros dispositivos con geometría A.....	197
6.4.1.	Dispositivos con capa libre de Py.....	197
6.4.2.	Dispositivos con AFL en la capa libre.....	205
6.5.	Referencias.....	208
7.	Conclusiones generales	211
7.1.	Conclusiones y trabajo futuro	211
7.2.	Conclusions and future work	217
7.3.	Referencias.....	222
Apéndice A:	Análisis químico del espectro imagen STEM-EELS	223
A1.	Análisis del espectro de una <i>spin valve</i>	223
A2.	Análisis del espectro de una doble <i>spin valve</i> (DSV)	224
Apéndice B:	Obtención del factor de damping	227
B1.	Método utilizado y resultados	227
B2.	Referencias	232

Glosario

MR: Magnetorresistencia

GMR: Magnetorresistencia gigante

AMR: Magnetorresistencia anisotrópica

TMR: Magnetorresistencia túnel

SV: Spin valve

DSV: Doble spin valve

Configuración CIP: Configuración con corriente en el plano de la muestra

Configuración CPP: Configuración con corriente perpendicular al plano de la muestra

STT: Transferencia de espín o Torque de transferencia de espín

RT: Temperatura ambiente

H_{ex} : Exchange Bias

H_C : Campo coercitivo

H_d : Campo dipolar

H_{eff} : Campo efectivo

FM: Material ferromagnético

AFM: Material antiferromagnético

TM: Metal de transición

RE: Tierra rara

T_C : Temperatura de Curie

T_N : Temperatura de Neel

T_B : Temperatura de bloqueo

T_{act} : Temperatura de activación

M_S : Imanación de saturación

I_C : Corriente crítica de transferencia de espín

I_{\max} : Corriente máxima aplicada en un experimento

H_{\max} : Campo máximo aplicado en un experimento

AFL: Tricapa ferrimagnética artificial Fe/Gd/Fe

Estado P: Estado paralelo de las imanaciones

Estado AP: Estado antiparalelo de las imanaciones

Estado I: Estado de resistencia intermedia

VSM: Magnetómetro de muestra vibrante

AGFM: Magnetómetro de gradiente de campo alterno

RIE: Grabado por iones reactivos

IBE: Grabado por haces de iones

TEM: Microscopio electrónico de transmisión

STEM: Microscopio electrónico de transmisión y barrido

SEM: Microscopio electrónico de barrido

EELS: Espectroscopía electrónica de pérdidas de energía

AFM: Microscopio de fuerzas atómicas

XMCD: Dicroísmo magnético circular de rayos X

XANES: Absorción de rayos X cerca del borde

Capítulo 1. Introducción

En este capítulo se pretende dar una visión general del estado actual de la investigación en Espintrónica, e introducir algunos conceptos que aparecerán habitualmente a lo largo de la memoria. Se ha profundizado más en las secciones cuya relación con el trabajo realizado en esta tesis es más directa. Al final del capítulo se detallarán los objetivos principales de la tesis doctoral así como la estructura utilizada en la memoria.

1.1. Introducción general

Los materiales y dispositivos magnéticos han ocupado un lugar principal en la ciencia y la tecnología del siglo veinte, siendo particularmente destacada su aportación en el campo de las memorias y cabezas lectoras de ordenador. En la década de los 80 los ordenadores utilizaban cabezas de lectura y escritura inductivas. En un cabezal de lectura inductivo la magnitud de la corriente inducida es más pequeña cuanto menor sea el área del bit que debe ser leído y la magnetización remanente del medio y cuanto mayor sea la distancia cabezal-disco. A finales de la década estos efectos estaban limitando la densidad de información que podía leerse de un disco duro. Aumentar la densidad de almacenamiento requiere reducir el tamaño de bit, lo que disminuye el campo de dispersión que llega a la cabeza lectora y exige un aumento de su sensibilidad. En 1991 IBM introduce las cabezas lectoras de magnetorresistencia anisotrópica (AMR) cuyo funcionamiento se basaba en un cambio de su resistencia en presencia de campo magnético. Estas cabezas lectoras de AMR eran mucho más sensibles que las inductivas, lo que permitía un aumento de la capacidad de almacenamiento del disco duro.

En 1988 y 1989 tiene lugar la publicación de los primeros artículos de magnetorresistencia gigante (GMR) por los premios Nobel-2007 Albert Fert¹ y Peter

Grünberg², lo que supone un punto de inflexión en la investigación en este campo y en la integración de dispositivos magnéticos en tecnología de computación, y constituye uno de los pocos casos en que un avance científico se incorpora a una tecnología de gran crecimiento en menos de una década. Aunque antes del descubrimiento del efecto de GMR^{1,2} ya se conocía que la corriente en un ferromagnético está polarizada de espín, este fue el descubrimiento que puso de manifiesto su gran potencial de cara a posibles aplicaciones tecnológicas. La GMR abría la puerta a la obtención de dispositivos capaces de detectar campo magnético mediante un cambio de resistencia ante la aplicación de corriente, sin necesidad de bobinas de detección (lo que permitiría miniaturizar este tipo de dispositivos) y con mucha más sensibilidad que los sensores de AMR. Con el descubrimiento de la GMR nació una nueva tecnología, la electrónica basada en el espín del electrón, a la que se dio el nombre de *espintrónica*.

Desde la publicación de los primeros artículos de GMR, la investigación en las diferentes ramas de la espintrónica ha sido incesante, lo que ha hecho que este campo haya crecido vertiginosamente en los últimos 20 años. El descubrimiento de la GMR se produjo en multicapas de Fe/Cr a baja temperatura y altos campos magnéticos. A pesar de la relevancia del trabajo, desde el punto de vista de su implementación tecnológica presentaba algunos problemas. En primer lugar, la variación de resistencia al cambiar el campo magnético ($\Delta R/\Delta H$) se producía a campos altos, además de que el valor de esta variación $\Delta R/\Delta H$ era pequeño. En segundo lugar, las temperaturas a las que se observó el fenómeno imposibilitaban su aplicación directa en tecnología.

El primero en conseguir grandes valores de GMR a temperatura ambiente y campos magnéticos bajos fue Stuart Parkin en 1990, con sus trabajos en multicapas de Co/Cu³, lo que convertía la espintrónica en una realidad tecnológica. Se sucedieron descubrimientos en este nuevo campo muy rápidamente y apareció pronto el camino hacia una nueva tecnología. Los primeros dispositivos de GMR importantes fueron las *spin valves*⁴, en que se obtenía un cambio de resistencia grande a campo magnético próximo a cero. El equipo de Parkin en IBM las introduce en 1997 como cabezas lectoras de disco, lo que permitía leer bits magnéticos más pequeños. Con la introducción de las cabezas lectoras de MR se consiguió un crecimiento en la densidad de almacenamiento de los discos duros de un 100% anual (2,4 Gb/sq-inch en 1997 por 70 Gb/sq-inch en 2007).

Otro tipo de dispositivos de magnetorresistencia muy relevantes en la tecnología actual son las llamadas uniones túnel. En estos dispositivos las capas magnéticas están separadas por una barrera aislante muy delgada en sustitución del conductor no magnético y los electrones pasan de un material magnético a otro por efecto túnel. La corriente túnel también es dependiente de espín, luego la resistencia de estos dispositivos (al igual que la de multicapas de GMR o *spin valves*) depende de la orientación relativa de las imanaciones de las capas magnéticas, observándose en general un aumento de esta al pasar del estado paralelo al antiparalelo. El cambio de resistencia en este fenómeno, que se conoce como magnetorresistencia túnel (TMR), es mucho mayor que en el caso de la GMR, motivo por el cual se utiliza actualmente en las cabezas lectoras de disco duro.

A lo largo de los años 90 se perfeccionaron mucho todos estos dispositivos (multicapas de GMR, *spin valves* y uniones túnel), que constituyen la espintrónica en metales y están presentes a día de hoy en la tecnología. Por otro lado, se abrieron nuevas líneas de investigación muchas de las cuales siguen explorándose actualmente, como la espintrónica en semiconductores.

El mundo de la electrónica actual está principalmente basado en materiales semiconductores. La espintrónica pretende aportar la información del espín a las cargas eléctricas que fluyen en transistores convencionales, reduciendo así el consumo, el tamaño potencial del dispositivo y permitiendo que la información permanezca cuando se corta la alimentación. Para que esto ocurra es necesario conseguir polarización de espín dentro del semiconductor. La comunidad científica está invirtiendo muchos esfuerzos con el objetivo de introducir electrones con polarización de espín en el semiconductor (inyección de espín) y mantener esta información de espín en el semiconductor suficiente tiempo (semiconductor magnético). Con independencia de su aplicación directa o inmediata en tecnología, la espintrónica en semiconductores es actualmente un área de investigación de relevancia gracias al que se han observado nuevos fenómenos interesantes como el momento magnético colosal o el concepto de spin-LED.

Los temas hasta ahora mencionados constituyeron las dos grandes ramas de la espintrónica hasta mediados de la década pasada: la espintrónica de metales (1) y la inyección de espín en semiconductores y semiconductores magnéticos (2). En los

últimos años, además de esas dos líneas de investigación, que siguen siendo de principal importancia, hay una tercera vía de actualidad que está centrando una parte muy importante de los esfuerzos investigadores en el campo de la espintrónica actualmente, y es la basada en el fenómeno de la transferencia de espín (Spin Transfer Torque-STT).

El fenómeno de STT, del que hablaremos más detalladamente en la sección 1.4 de este capítulo, se basa en la transferencia de momento angular de una corriente polarizada de espín a la imanación local de un material magnético. Mediante este efecto es posible provocar variaciones en el estado magnético de un dispositivo mediante la aplicación únicamente de corriente, sin necesidad de campo magnético. El STT ha suscitado muchísimo interés debido al gran potencial tecnológico derivado de la posibilidad de mover paredes de dominio magnético⁵, generar señales de radiofrecuencia⁶ o invertir la imanación de nanoimanes⁷ mediante la aplicación de corriente. Actualmente se están invirtiendo muchos esfuerzos en comprender y controlar esos efectos.

En este trabajo de tesis doctoral nos hemos centrados principalmente en el transporte dependiente de espín en sistemas con capas delgadas de Gd, en particular en lo relativo a los efectos de magnetorresistencia (MR) y transferencia de espín (STT). Antes de introducir el contexto del trabajo y su interés, es necesario describir algunos conceptos importantes directamente relacionados con esta tesis que aparecerán repetidamente a lo largo de la memoria.

1.2. Magnetorresistencia gigante

La magnetorresistencia gigante (GMR) es un efecto que se observa en estructuras de película delgada compuestas por capas alternas de material ferromagnético y conductor no magnético. Se manifiesta en forma de un cambio significativo de la resistencia eléctrica bajo la aplicación de un campo magnético externo.

Normalmente, en un dispositivo de GMR las capas magnéticas se depositan de tal forma que en ausencia de campo magnético sus imanaciones están orientadas antiparalelas, mientras que al aplicar un campo magnético externo estas se orientan de forma paralela en la dirección del campo.

Un material ferromagnético tiene en su nivel de Fermi diferente número de electrones con su espín orientado en la dirección de la imanación y en la opuesta, debido al desdoblamiento de las bandas d provocado por la interacción de canje. Las bandas responsables de la conducción son las bandas s , d y s - d híbridas, pero en primera aproximación se puede considerar que la mayor parte de la corriente se debe a electrones s . La probabilidad de transición $s \rightarrow d$ será distinta para electrones cuyo espín esté paralelo a la imanación local (mayoritarios) que para aquellos cuyo espín esté antiparalelo a esta (minoritarios). De esta manera, cuando un electrón atraviesa un material ferromagnético el número de choques que sufre (la probabilidad de scattering) dependerá entre otras cosas de la orientación relativa entre su espín y la imanación local del material. Esto significa que la resistividad eléctrica de este material ferromagnético dependerá de esta orientación relativa. Por tanto, en una estructura típica de GMR, el hecho de poder controlar el estado paralelo o antiparalelo de las imanaciones al aplicar un campo externo se traduce en poder controlar la resistencia del dispositivo, que será en general mayor cuando las imanaciones están antiparalelas (a campo cero), y menor cuando están paralelas (alineadas con el campo externo). En la Figura 1.1 podemos ver una representación esquemática del mecanismo de la GMR según el modelo de dos corrientes de Valet y Fert ⁸, para el caso general en que la resistividad es menor para un electrón cuyo espín es paralelo a la dirección de imanación que para un electrón cuyo espín es antiparalelo. En la configuración paralela de las imanaciones de las capas magnéticas, los electrones mayoritarios sufren menos scattering en todas las capas, suponiendo una resistencia en este canal ($2r$) menor que en el de los electrones minoritarios ($2R$). Uno de los canales tiene mucha mejor conducción que el otro. Así, en la configuración paralela la resistencia total será $r_P = 2rR/(r+R) \sim 2r$. Por otro lado, en la configuración antiparalela un electrón que es mayoritario en una capa (sufriendo menos scattering) será minoritario en la capa siguiente y viceversa. Así, en esta caso la resistencia es $(R+r)$ en ambos canales y la resistencia final será $r_{AP} = (R+r)/2$, resultando en un valor superior a r_P . A partir de estos cálculos es fácil obtener el valor de la GMR:

$$GMR = \frac{r_{AP} - r_P}{r_P} = \frac{(R - r)^2}{4Rr}$$

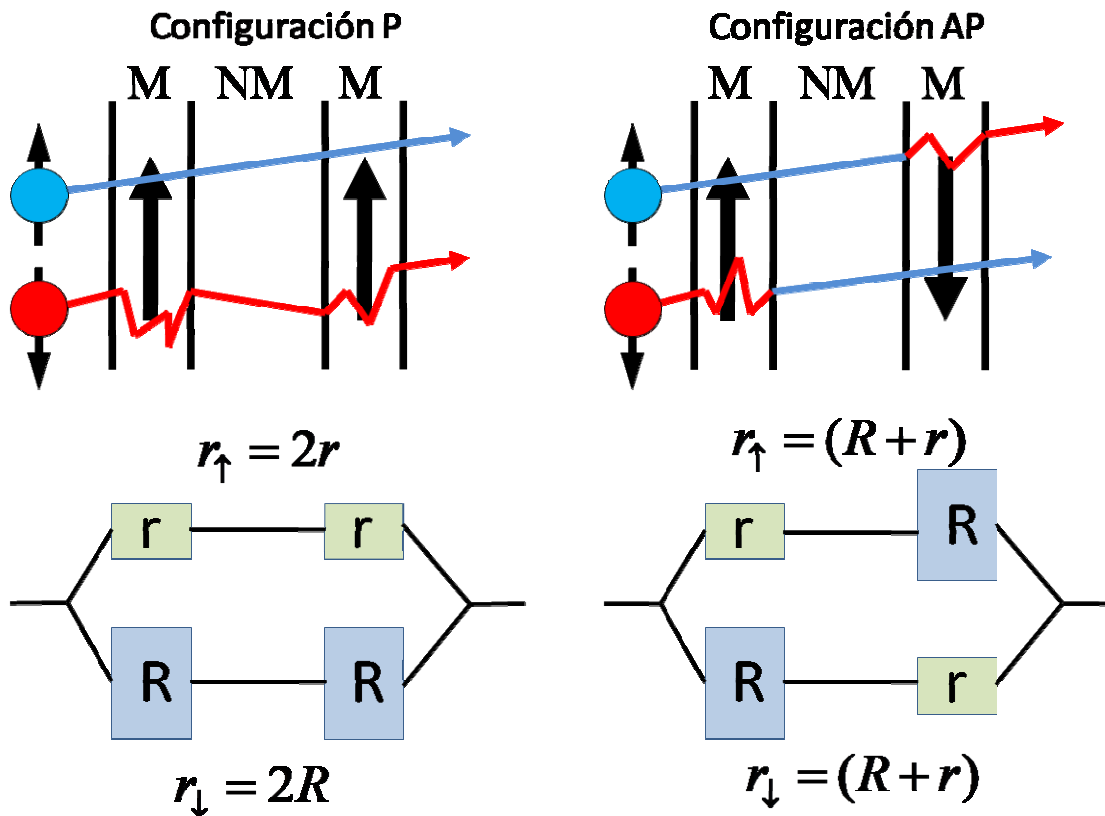


Figura 1.1: (a) Representación esquemática del mecanismo de GMR en una multicapa magnética para las dos direcciones de espín, $+1/2$ (círculo azul) y $-1/2$ (círculo rojo). Las flechas grandes representan la dirección de imanación en cada capa.

(b) Circuito de resistencia asociado. Figura adaptada de la Ref. 9.

El fenómeno de GMR se puede observar en dos tipos de geometría diferente (Figura 1.2), aplicando la corriente en el plano de la muestra (*current in plane* - CIP), o aplicando la corriente perpendicular al plano de las capas (*current perpendicular to plane* - CPP). Desde el punto de vista del procesado y la fabricación, la realización de experimentos es mucho más sencilla con la configuración CIP (se pueden realizar las medidas directamente en una película delgada) que con la configuración CPP (en que es necesario realizar un complejo proceso de fabricación del dispositivo). Sin embargo, la interpretación de los resultados experimentales así como las ecuaciones teóricas que rigen el transporte son más complejas en la configuración CIP.

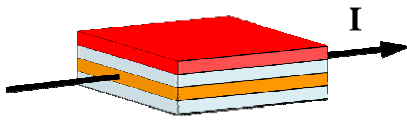
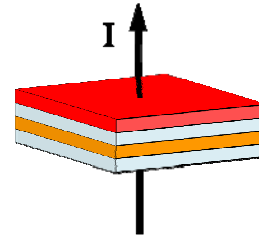
a) Corriente en el plano (CIP)**b) Corriente perpendicular al plano (CPP)**

Figura 1.2: Representación esquemática de los dos tipos de geometría utilizados en medidas de magnetorresistencia, (a) con la corriente en el plano de la muestra y (b) con la corriente perpendicular al plano de la muestra.

En CPP la corriente fluye en una dirección muy concreta atravesando las diferentes capas en una dirección que en todo momento es prácticamente perpendicular al plano de estas. Sin embargo, en CIP los electrones pueden recorrer cierta distancia sin cambiar de capa, de manera que puede haber electrones portadores de información de espín de una capa magnética que pierdan esta información de espín antes de llegar a la capa magnética adyacente, a pesar de que el espesor del espaciador no magnético sea menor que la longitud de difusión de espín. Por otro lado, el flujo de electrones de conducción variará de una capa a otra dependiendo de su resistividad, lo que dificulta la interpretación de resultados y las ecuaciones de transporte. El parámetro espacial crítico en el caso de la configuración CIP es el recorrido libre medio mientras que en la configuración CPP es la longitud de difusión de espín, cuyo valor es mayor que el recorrido libre medio. El hecho de que en los dos tipos de geometría el efecto de GMR dependa de un parámetro espacial diferente provoca una diferencia sustancial en los valores de GMR observados en ambos casos, siendo estos significativamente mayores en geometría CPP. El esquema de la Figura 1.1 es válido tanto para CIP como para CPP, siempre que el espesor del espaciador no magnético sea menor que la longitud crítica en cada caso (longitud de difusión de espín para CPP y recorrido libre medio para CIP).

1.3. Spin valves

Como se ha explicado en la sección anterior, el funcionamiento de un dispositivo típico de GMR necesita que la configuración de la imanación de las capas magnéticas cambie de un estado antiparalelo (AP) a un estado paralelo (P) ante la aplicación de campo magnético. El cambio de configuración de las imanaciones se podría conseguir en multicapas cuyas capas magnéticas adyacentes tengan diferentes campos coercitivos, o combinando materiales magnéticos duros con blandos. Sin embargo, para aplicaciones tecnológicas se desea que este cambio de configuración se produzca a campo magnético cero (o prácticamente cero). La estructura de GMR mejor conocida y más utilizada para este propósito es la *spin valve*, que consigue cambios de resistencia grandes a campos magnéticos en torno a cero.

Una *spin valve* convencional (Figura 1.3) consta de dos capas ferromagnéticas (FM) separadas por una capa de material conductor no magnético. Una de las capas magnéticas es muy blanda y su imanación se orienta muy fácilmente con campo magnético (capa libre). La otra capa magnética, sin embargo, está acoplada por canje a un antiferromagnético mediante el fenómeno de *Exchange bias*, de manera que es necesario aplicar campos magnéticos muy grandes para invertir su imanación (capa ligada).

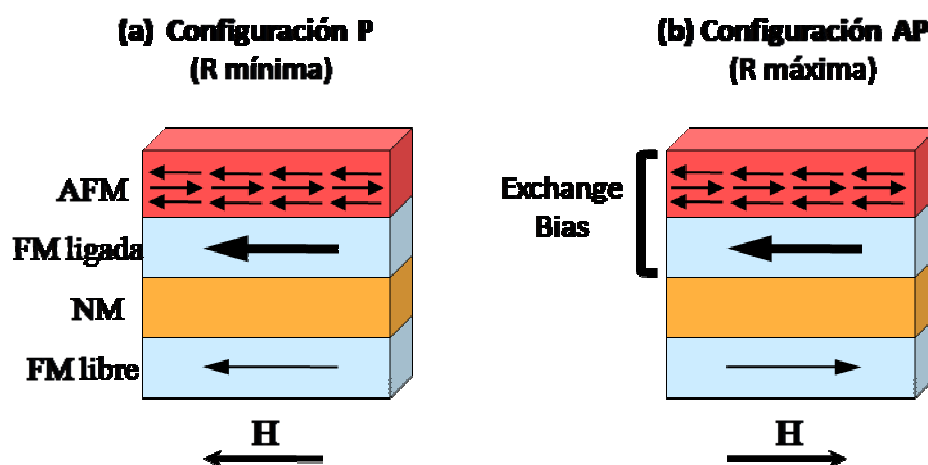


Figura 1.3: Esquema de la estructura de una *spin valve* convencional, con una indicación de la orientación de las imanaciones ante la aplicación de un campo magnético de poca intensidad en ambas direcciones.

Así, una de las capas responde a campos magnéticos bajos y se orienta con el campo con facilidad mientras que la otra no responde a la aplicación de campos magnéticos bajos y solo invertirá su imanación si el campo magnético aumenta considerablemente. De esta manera, es posible seleccionar muy fácilmente la orientación relativa de las imanaciones, obteniéndose según se desee un estado P o un estado AP bien definido.

La primera *spin valve* fue realizada por Dieny y Parkin en 1991⁴. Investigaron con capas delgadas de diferentes materiales ferromagnéticos y con diferentes separadores metálicos no magnéticos, llegando a obtener en una *spin valve* con NiFe un cambio relativo de resistencia del 5 % a T ambiente. Como se ha dicho, uno de los grandes avances de este trabajo es que el cambio de resistencia se producía alrededor de campo magnético cero. La Figura 1.4 muestra las curvas de imanación y resistencia frente a campo de uno de estos dispositivos. Para campos negativos, se observa resistencia mínima y una imanación máxima en la dirección del campo, coincidiendo con la situación de la Figura 1.3(a). A campo magnético próximo a cero la imanación de la capa libre se invierte mientras que la de la capa ligada no se ve afectada, adoptando la configuración de la Figura 1.3(b). Cuando este cambio de configuración tiene lugar, se observa un cambio de la imanación y un aumento de la resistencia, como se puede ver en la Figura 1.4. Esta situación con resistencia máxima y imanación próxima a cero se mantiene hasta que el campo magnético en sentido positivo es suficientemente grande para invertir la imanación de la capa ligada, momento en que la resistencia vuelve a su valor mínimo.

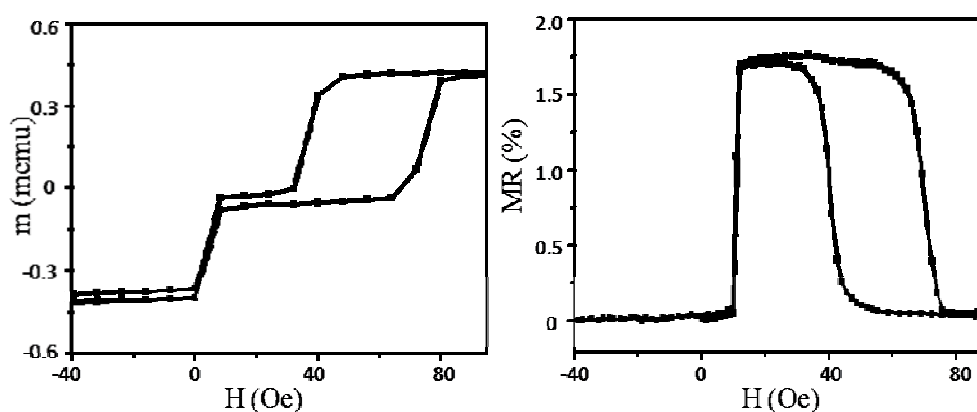


Figura 1.4:(a) Ciclo de histéresis y (b) curva de MR de una de nuestras SV con configuración CIP.

1.3.1. *Exchange bias*

El fenómeno de *Exchange bias* (H_{ex}) se produce cuando un material ferromagnético (FM) y un antiferromagnético (AFM) están en contacto y acoplados por una fuerte interacción de canje. Esta interacción de canje entre ellos induce en el material FM una anisotropía que se traduce en un desplazamiento del ciclo de histéresis del material FM.

El material AFM tiene una imanación neta cero o próxima a cero para campos magnéticos moderados, luego para el propósito de esta discusión podemos suponer que no se altera ante la aplicación de campo magnético. El FM, que está acoplado por canje, tendrá los momentos magnéticos próximos a la intercara fuertemente sujetos por esta interacción. De esta manera, para invertir la imanación de esta capa será necesario dar energía extra al sistema, o lo que es lo mismo, aplicar un campo magnético más intenso del que se necesitaría para invertir la misma capa si no estuviera acoplada a un AFM. Una vez la imanación del FM se ha invertido, si empezamos a reducir el campo magnético en dirección opuesta, la imanación volverá a su posición inicial antes de lo normal para minimizar la energía de canje del sistema. Así pues, esta anisotropía es unidireccional y como resultado el ciclo de histéresis se desplaza. El ciclo desplazado presenta un campo coercitivo mayor que el que presentaría esa misma capa de FM sin estar acoplada a un AFM.

Normalmente, los materiales utilizados para obtener este efecto cumplen que la temperatura de Curie (T_C) del FM es mayor que la T de Néel (T_N) del AFM. La manera habitual de optimizar el efecto de H_{ex} consiste en subir la temperatura del sistema de manera que $T_N < T < T_C$. Aplicando en esta situación un campo magnético de saturación, los momentos magnéticos del FM se orientan mientras que los del AFM estarán desordenados al estar por encima de su T_N . Al bajar la temperatura en esta situación hasta una $T < T_N$ los momentos magnéticos de las primeras capas del AFM se orientarán de forma paralela al FM (asumiendo interacción ferromagnética) por interacción de canje, mientras que las siguientes capas seguirán el orden AFM para que la imanación total dentro del material sea cero.

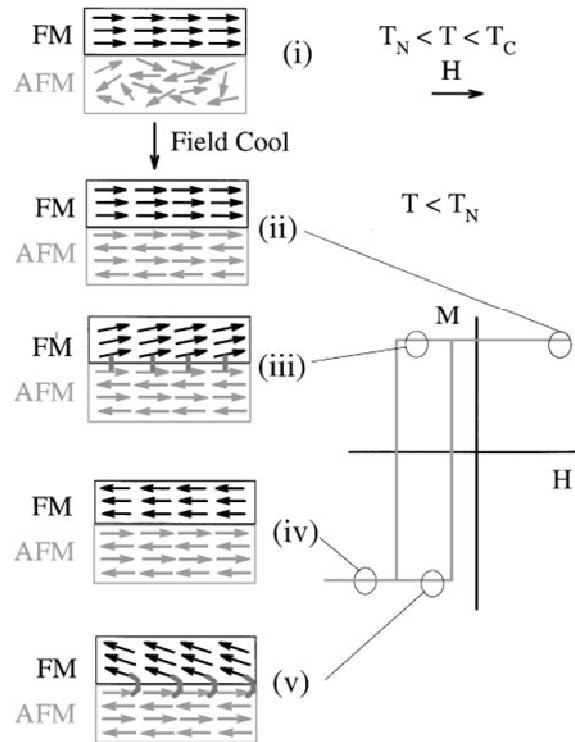


Figura 1.5: Diagrama esquemático de la configuración de los momentos magnéticos de una bicapa FM/AFM en distintos puntos de su ciclo de histéresis. Imagen obtenida de Ref. 10.

Otra manera de obtener el efecto es depositar el material FM en presencia de campo magnético. De esta manera los momentos magnéticos del FM están ordenados alineados con el campo. Estos momentos magnéticos magnéticamente ordenados crean un campo efectivo en el AFM. Igual que en la situación anterior, las primeras capas se acoplan ferromagnéticamente al material FM por interacción de canje, y el resto se ordena de manera AFM.

La magnitud del efecto de H_{ex} es aproximadamente inversamente proporcional al espesor de la capa de material magnético utilizada. Por otro lado, para espesores bajos de AFM el H_{ex} aumenta con el espesor de AFM hasta llegar a un cierto espesor en que el H_{ex} se satura en un valor máximo estable, como podemos ver en la Figura 1.6.

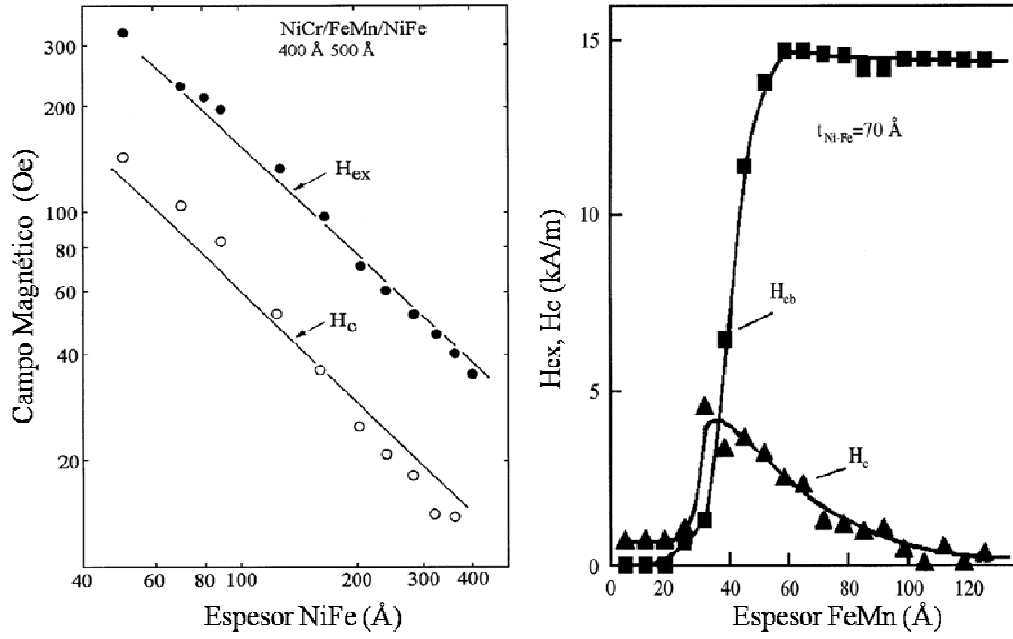


Figura 1.6: Dependencia del H_{ex} y del H_c (a) en función del espesor de FM en el sistema NiFe/FeMn para un espesor de FeMn constante (50 nm) y (b) en función del espesor de AFM en el sistema NiFe/FeMn para un espesor de NiFe constante (7nm).

Figura obtenida de Ref. 10.

Hay muchos otros aspectos experimentales que afectan al fenómeno de H_{ex} ¹⁰. Algunos de ellos se han estudiado exhaustivamente mientras que el efecto de otros sigue sin estar claro o genera cierta controversia. En esta sección no vamos a entrar en detalle en todos ellos, pero por su relevancia en este trabajo de tesis cabe destacar la influencia de la rugosidad y de las impurezas en la intercara entre el FM y el AFM. Como se detalla en Ref. 10, muchas investigaciones coinciden en que el valor de H_{ex} disminuye según aumenta la rugosidad, así como en que la presencia de impurezas tiene también un efecto negativo. En el capítulo 3 se discuten algunos de estos aspectos según nuestras propias observaciones experimentales.

1.3.2. Otros aspectos

Además de un buen valor de H_{ex} , hay otros aspectos importantes a tener en cuenta en dispositivos de tipo *spin valve*. Destaca la importancia del espaciador no magnético.

En primer lugar, hay que tener en cuenta que si el espaciador tiene un espesor demasiado pequeño las capas magnéticas pueden estar acopladas por canje. Si esto ocurre puede no ser posible conseguir el estado antiparalelo de las imanaciones. Por otro lado, si el espesor es demasiado grande se pierde mucha información de espín de manera que el valor de la GMR puede ser muy pequeño. La Figura 1.7 ilustra esta dependencia de la MR con el espesor del espaciador de Cu en SV con configuración CIP.

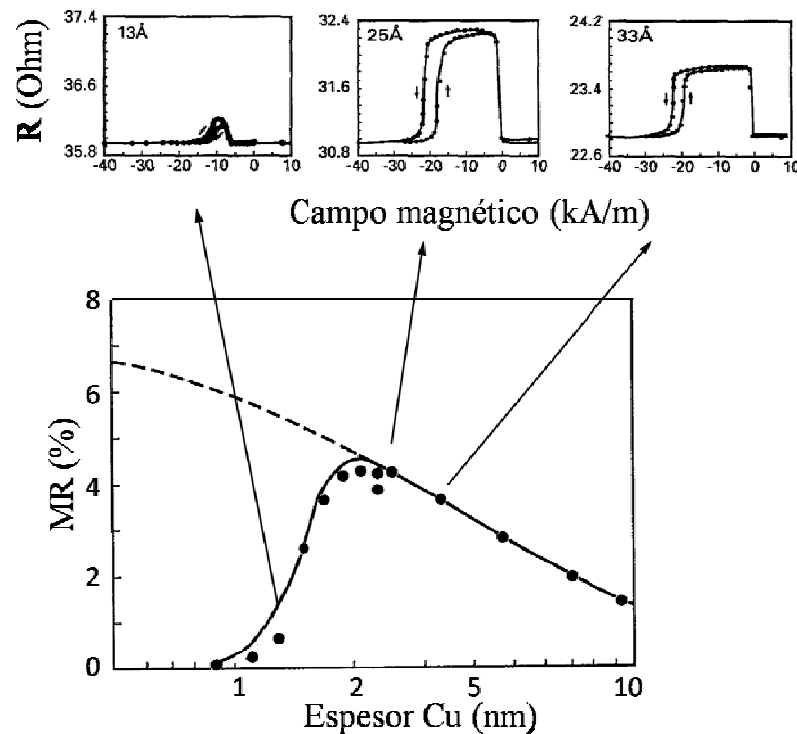


Figura 1.7: Magnetorresistencia en función del espesor del espaciador no magnético de Cu en *spin valves* de tipo Py(8nm)/Cu(t)/Py(6nm)/FeMn(8nm) con configuración CIP. Figura adaptada de la Ref. 11.

Por otro lado, si hay mucha rugosidad en esta capa pueden aparecer polos en la intercara (por el lado de las capas magnéticas). Esto favorecerá la configuración paralela de las capas magnéticas para minimizar la energía magnetostática, lo que afectará a la forma del ciclo de MR y posiblemente también a su valor (explicación más detallada en capítulo 4 - ver figuras 4.5 y 4.6). El valor de la GMR puede además verse afectado por la presencia de defectos o impurezas en las intercara del espaciador no magnético.

Por último, el espesor de la capa libre también tiene influencia en el valor de la GMR. La Figura 1.8 muestra esta dependencia en SV con distintos materiales en la capa libre, en la configuración CIP.

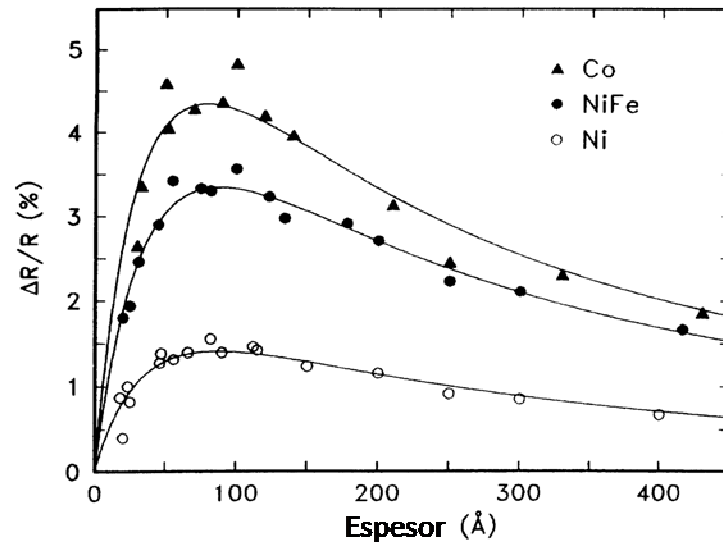


Figura 1.8: Variación de la magnetorresistencia a RT en función del espesor de la capa libre en *spin valves* de tipo M/Cu/NiFe/FeMn, donde M es el material utilizado en la capa libre (Co, NiFe o Ni). Figura obtenida de la Ref. 12.

1.4. El efecto de transferencia de espín

El efecto de transferencia de espín (STT) fue predicho teóricamente por J. C. Slonczewski¹³ y L. Berger¹⁴ en 1996. Consideremos una estructura formada por dos capas magnéticas separadas por un conductor no magnético, por la que hacemos pasar una corriente eléctrica perpendicularmente al plano de las capas (ver Figura 1.9). Si la primera capa magnética tiene suficiente espesor los electrones de conducción se van a polarizar al pasar por ella, en general en la dirección dada por su imanación. Así, la corriente que llega a la segunda capa magnética es una corriente polarizada de espín. Supongamos por simplificar que a lo largo de toda la capa conductora no magnética los electrones siguen polarizados en la dirección dada por la capa polarizadora. Entre la dirección de polarización de espín de esta corriente y la dirección de la imanación local de la segunda capa magnética normalmente habrá un cierto ángulo. Si es así, el momento magnético de los electrones de conducción precesa hacia la dirección de la

imanación local, cambiando en el proceso su momento angular. Como el momento angular se debe conservar, la segunda capa responde cambiando su momento angular en sentido opuesto. En la Figura 1.9, la corriente habrá transferido a la imanación local momento magnético con una componente en la dirección z , igual y de sentido contrario a la que ha recibido. Si la segunda capa magnética tiene mucho espesor, puede ser aparentemente insensible a esta variación de momento angular. Pero si por el contrario es una capa libre de poco espesor, esta transferencia de momento angular puede provocar variaciones en su estado de imanación.

Para que los efectos del STT se aprecien se necesita una densidad de corriente muy alta, por lo que estos solo se observan en dispositivos de tamaño nanométrico para densidades de corrientes superiores a un determinado valor llamado *densidad de corriente crítica*.

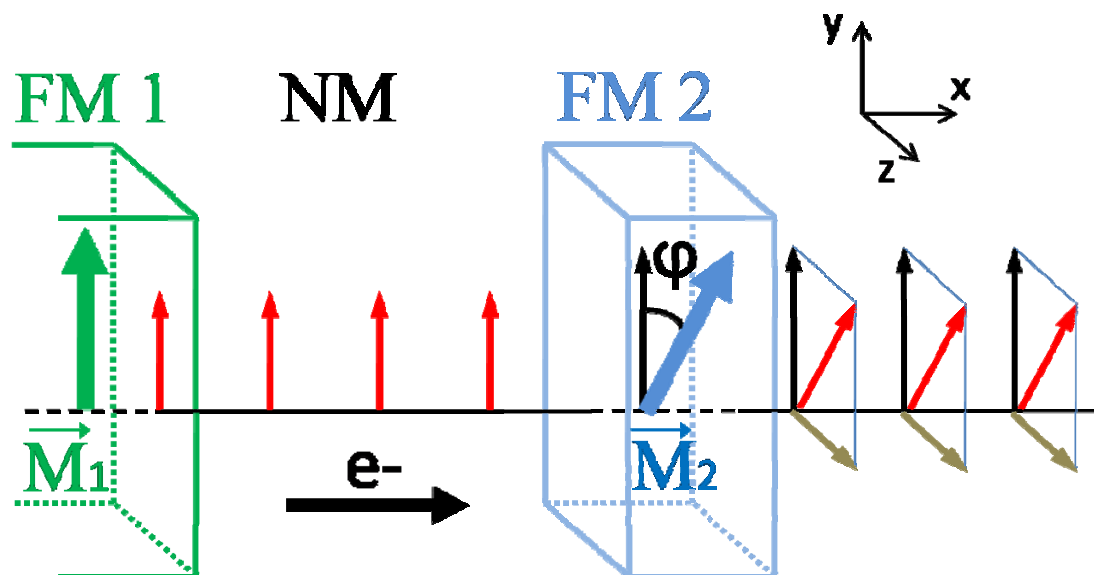


Figura 1.9: Esquema del fenómeno de transferencia de espín en un sistema de dos capas magnéticas separadas por un conductor no magnético.

Por un lado, el efecto de STT abre la puerta a un gran número de aplicaciones potenciales:

- **Osciladores de transferencia de espín:** La transferencia continua de momento magnético de una corriente polarizada de espín puede provocar la precesión controlada de la imanación local de una capa ferromagnética, lo que da lugar a

emisión de radiofrecuencia en el rango de las microondas, en los dispositivos conocidos como “Spin Transfer Oscillators” (STO) ^{15,16}. El potencial real de este tipo de dispositivos en aplicaciones para comunicación in-chip no es claro todavía, pues aunque presentan la ventaja de unos picos de emisión de alto factor de calidad Q y de una sencilla sintonización de la frecuencia, su potencia de emisión es pequeña (en torno a decenas de pW/mA^2) y en general, necesita un campo magnético superpuesto (aunque el efecto se ha conseguido también en ausencia de campo ¹⁶). En los últimos años se han hecho muchos esfuerzos de investigación y se han conseguido grandes progresos para aumentar la potencia de emisión sincronizando varios STOs de diferentes maneras; a través de spin-waves ^{17,18,19}, con la señal inducida por los propios osciladores ^{15,16}, por su acoplo magnetostático ²⁰, a través de la longitud de difusión de los electrones de conducción ^{21,22}, o haciendo pasar corriente de microondas a través de varios STOs conectados en serie ²³. Actualmente esta línea de investigación se está centrando más en la emisión de microondas mediante el control de la precesión de vórtices por STT ^{24,25}. Estas emisiones de microondas se caracterizan por picos de emisión muy estrechos (alrededor de 1 MHz) ^{26,27}, y por una potencia de emisión muy alta cuando el vórtice está creado en la capa libre de una unión túnel ²⁵.

- **Escritura de información en memorias magnéticas por STT:** Si la densidad de corriente es suficientemente alta, mediante el efecto de STT se puede conseguir invertir por completo la imanación ⁷ de una capa magnética, es decir, es posible conmutar un bit magnético con corriente. Esto abre el camino de las memorias magnéticas alternativas, al poder realizarse con corriente (en vez de campo magnético) la *escritura* de los bits del disco duro por parte de la cabeza de escritura.
- **Movimiento de paredes magnéticas por STT:** En la línea de memorias magnéticas alternativas, Stuart Parkin presentó en 2004 su idea revolucionaria de una memoria magnética ‘racetrack’ ⁵, basada en registros de desplazamiento donde serían los bits de información (paredes de dominio magnético) los que se moverían en lugar de mover el disco, como en los discos duros actuales. Dado que no habría partes móviles y que todo el funcionamiento (escritura, lectura y

desplazamiento de bits) estaría basado en corriente eléctrica, es esperable que este tipo de memorias permitan un aumento de capacidad de almacenamiento considerable. Actualmente se están realizando grandes esfuerzos en reducir la corriente crítica y en hacer el proceso de enganche y desenganche de la pared repetitivo y funcional.

Por otro lado, hay aplicaciones tecnológicas en que el fenómeno de STT resulta un problema o factor limitante. Este es el caso de las cabezas lectoras de disco duro. En las cabezas lectoras actuales de magnetorresistencia túnel (TMR) se obtienen buenos valores de magnetorresistencia (MR), pero presentan el problema de un alto producto resistencia área ($R.A \sim 1 \Omega \cdot \mu m^2$). Una posible solución a este problema sería sustituir las cabezas de TMR por *spin valves* (SV) metálicas, cuyo producto resistencia área es un orden de magnitud menor ($R.A \sim 100 m\Omega \cdot \mu m^2$). Recientes trabajos^{28,29} han obtenido mejoras notables del valor de la MR en este tipo de dispositivos SV. Sin embargo, su bajo producto R.A implica la necesidad de una densidad de corriente muy alta para obtener suficiente voltaje de salida. A densidades de corriente tan altas puede aparecer ruido e inestabilidad adicional en la señal debido al efecto de STT^{30,31,32}. Las excitaciones de STT suponen por tanto un factor limitante de la sensibilidad en aplicaciones de cabeza lectora. Por este motivo, desde el punto de vista de estas aplicaciones hay un gran interés en aumentar la densidad de corriente a partir de la cual se empiezan a inducir estas inestabilidades de STT (densidad de corriente crítica).

1.5. Estabilización de la capa libre en dispositivos de transferencia de espín

Recientemente han surgido algunas ideas con las que se ha conseguido un aumento de la corriente crítica de STT en dispositivos SV. La primera de ellas se basa en una estructura llamada '*dual SV*', que consta de una estructura simétrica con dos capas de referencia una a cada lado de la capa libre, de manera que se cancela el STT neto en la capa libre central^{33,34}. Por otro lado, se ha observado que la utilización de una capa libre 'sintética ferrimagnética (SF)' aumenta significativamente la corriente crítica de STT (al menos en una dirección de la corriente) debido a un efecto co-resonante entre las dos

capas magnéticas de la capa SF^{35,36} que se traduce en un aumento del factor de Gilbert damping efectivo en el sistema. Otra manera de conseguir un aumento del damping y por lo tanto de la corriente crítica, es a través de la inclusión de contaminantes de Tierras Raras (RE) en la capa libre. Estudios recientes^{37,38} han puesto de manifiesto como dopando con tierras raras se puede afectar drásticamente e independientemente el damping y la frecuencia de precesión de una capa de Py. Por último, la utilización de RE como ‘capping layers’ también puede ser interesante para aumentar la corriente crítica, como se ha visto con una ‘capping layer’ de Dy, que aumenta la corriente crítica en un factor tres³⁹.

1.6. Potencial del sistema Fe/Gd/Fe

Dentro de las RE, el Gd puede tener un interés especial dadas sus características particulares. El Gd es la única Tierra Rara ferromagnética hasta 293 K. Tiene momento angular cero ($L=0$), por lo que como dopante podría no afectar significativamente al factor de Gilbert damping. Sin embargo, experimentalmente ha demostrado disminuir la polarización^{40,41} (efecto positivo desde el punto de vista de aumentar la corriente crítica), y hay cierta controversia sobre su efecto en el Gilbert damping^{37, 40}. Por otro lado, Gd y Fe se acoplan antiferromagnéticamente (AFM)⁴² y forman una intercara muy limpia sin difusión⁴³. De esta manera, el sistema Fe/Gd/Fe forma una tricapa ferrimagnética con intercargas muy puras. Además, debido a la interacción de canje con el Fe, un cierto espesor (pocas monocapas) de Gd permanece ferromagnético hasta altas temperaturas (~ 1000 K)⁴⁴. La inserción de esta tricapa ferrimagnética de Fe/Gd/Fe en una estructura magnética de STT podría afectar su corriente crítica de inestabilidad, tanto a través de los mecanismos observados con la capa libre SF o con la ‘*dual SV*’ (aumentando el damping del sistema o mediante la reducción efectiva del STT neto en la capa libre), como a través de las propiedades del Gd que en sí mismo puede afectar a la polarización, el damping y la imanación de saturación de la capa libre, factores todos ellos ligados a la corriente crítica.

1.7. Objetivos de la tesis doctoral

El objetivo final de esta tesis consiste en la fabricación y caracterización de nanodispositivos de STT con una barrera artificial ferrimagnética (AFL) de Fe/Gd/Fe insertada en la capa libre. Se pretende estudiar el efecto de esta barrera en la densidad de corriente crítica de STT en el dispositivo (es decir, en la estabilidad de la capa libre).

Con anterioridad a este estudio final ha sido necesario realizar una serie de optimizaciones y caracterizaciones previas, que constituyen una parte muy importante del trabajo de tesis.

En primer lugar, en trabajos previos se había caracterizado magnéticamente el Gd-bulk, así como multicapas de Fe/Gd, normalmente con espesores más altos que los utilizados en este trabajo. Sin embargo, nunca se habían optimizado este tipo de estructuras con capas ultradelgadas de Gd con el objetivo de introducirlas en dispositivos de transferencia de espín. Por eso, una parte importante del trabajo se ha centrado en la exhaustiva caracterización del sistema Fe/Gd/Fe y su optimización de cara a nuestro propósito.

Por otro lado, la intención final ha sido alterar la transferencia de espín del dispositivo afectando lo menos posible al resto de las propiedades intrínsecas de su funcionamiento (por ejemplo, al valor de magnetorresistencia). Por tanto, igualmente importante ha sido estudiar cómo y en qué posición introducir este sistema en el dispositivo deseado afectando lo menos posible a sus otras características

A continuación se recogen los principales objetivos planteados en las distintas fases del desarrollo de la tesis, que han sido divididos en tres secciones principales.

1- En primer lugar, ha sido necesario caracterizar estructural y magnéticamente la barrera Fe/Gd/Fe y estudiar las propiedades magnéticas del Gd en esta situación particular de capa delgada en un ‘sandwich’ con capas delgadas de Fe. En este sentido, era necesario conocer detalladamente:

- El espesor de Gd que se mantiene ferromagnético en contacto con las capas de Fe.

- El espesor de Fe necesario para bloquear la difusión entre Gd y Py (material utilizado en la capa libre de las cabezas lectoras por sus buenas propiedades como material magnético blando).
 - Las propiedades magnéticas del Gd en la situación de capa delgada en un sándwich con Fe (por ejemplo, algunos autores⁴⁵ han observado una reducción de la imanación de saturación del Gd en multicapas Gd/Fe).
- 2- En segundo lugar, una vez optimizada la barrera de Fe/Gd/Fe a introducir en las estructuras, es necesario estudiar el efecto que esta barrera tiene en las propiedades básicas de los dispositivos de tipo cabeza lectora. Se estudiará detalladamente:
- Efecto en la MR de dispositivos SV debido a la inserción de una capa delgada de Gd y de una tricapa Fe/Gd/Fe en la capa libre. Variación de la posición y el espesor a nivel atómico. Optimización de la posición en la que insertar la barrera AFL para obtener buenos valores de MR.
 - Efecto en las propiedades de la capa libre como capa magnética blanda (campo coercitivo, etc...).
 - Efectos añadidos que puede introducir en la estructura la inserción de esta capa AFL.
- 3- Una vez estén claramente estudiadas las propiedades estructurales y magnéticas del sistema Fe/Gd/Fe y sus efectos en las propiedades de transporte de dispositivos SV, se procederá a estudiar la transferencia de espín en estos dispositivos:
- Efecto en el fenómeno de STT debido a la introducción del sistema Fe/Gd/Fe en la capa libre.
 - Estudio de la variación de la corriente crítica de STT.
 - Estabilidad de la capa libre.

1.8. Estructura de la memoria

En esta memoria se recogen los resultados más relevantes obtenidos a lo largo del trabajo realizado en esta tesis. Para la presentación de estos resultados se ha dividido la memoria en los siguientes capítulos:

Capítulo 2: En este capítulo se pretende dar una visión general de las principales características de las técnicas experimentales más utilizadas en este trabajo de tesis. Se incluyen las técnicas que han sido necesarias para el crecimiento de estructuras y el procesado de dispositivos, así como las utilizadas para los distintos tipos de caracterización.

Capítulo 3: Este capítulo se divide en dos grandes secciones bien diferenciadas. Por un lado se incluye el trabajo dedicado a la optimización del crecimiento de distintas estructuras utilizadas en la tesis. Se dedica una sección amplia porque esta es una parte importante y compleja del trabajo realizado. En segundo lugar en este capítulo se incluye la caracterización de diferentes sistemas, de donde se ha obtenido información importante de los materiales utilizados y sus estructuras.

Capítulo 4: En este capítulo se recogen los resultados del estudio del efecto en la magnetorresistencia de una *spin valve* debido a la inserción de una capa ultradelgada de Gd (o una tricapa Fe/Gd/Fe) en la capa libre. Los resultados obtenidos mediante medidas eléctricas dan una información vital de la posición en que se debe introducir la tricapa en la capa libre para afectar lo menos posible a las propiedades de la cabeza lectora, además de proporcionar información sobre los efectos adicionales que la capa delgada (o la tricapa) introduce en la estructura.

Capítulo 5: En este capítulo se recoge el estudio de las propiedades magnéticas de la tricapa Fe/Gd/Fe mediante medidas eléctricas en estructuras de doble *spin valve*. Mediante este trabajo se han estudiado propiedades importantes como la longitud de canje del acoplo antiferromagnético en la intercara Gd/Fe (lo que nos permite conocer el espesor de Gd que se mantiene ferromagnético a temperatura ambiente) o la reducción de la imanación de saturación del Gd en esta situación de capa delgada en una tricapa con Fe.

Capítulo 6: En este capítulo se resume el trabajo realizado en dispositivos con corriente perpendicular al plano. Principalmente se recogen los resultados de

transferencia de espín en nanopilares y el efecto en la corriente crítica de STT debido a insertar una tricapa Fe/Gd/Fe en la capa libre. Se estudia la estabilidad de la capa libre en dispositivos con y sin tricapa insertada.

Capítulo 7: En este capítulo se resumen las principales conclusiones y resultados de la tesis doctoral, y se proponen posibles líneas de investigación para el futuro.

1.9. Referencias

- ¹ M. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chaselas, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472 (1988).
- ² G. Binash, P. Grunberg, F. Saurenbach and W. Zinn, *Phys. Rev. B* **39**, 4828 (1989).
- ³ S. S. P. Parkin, N. More and K. P. Roche, *Phys. Rev. Lett.* **64**, 2304 (1990).
- ⁴ B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. P. Parkin, B. A. Gurney, D. R. Wilhoit, and D. Mauri, *Phys. Rev. B* **43**, 1297 (1991).
- ⁵ S. S. P. Parkin, M. Hayashi and L. Thomas, *Science* **320**, 190 (2008).
- ⁶ D. Houssameddine, U. Ebels, B. Delaët, B. Rodmacq, I. Firastrau, F. Ponthenier, M. Brunet, C. Thirion, J. P. Michel, L. Prejbeanu-Buda, M. C. Cyrille, O. Redon and B. Dieny, *Nat. Mat.* **6**, 447 (2007).
- ⁷ B. Özyilmaz, A. D. Kent, D. Monsma, J. Z. Sun, M. J. Rooks, and R. H. Koch, *Phys. Rev. Lett.* **91**, 067203 (2003).
- ⁸ T. Valet and A. Fert, *Phys. Rev. B* **48**, 7099 (1993).
- ⁹ A. Barthélémy, A. Fert, J. P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J. M. De Teresa, A. Hamzic, J. C. Faini, J. M. George, J. Grollier, F. Montaigne, F. Pailloux, F. Petroff, C. Vouille, *J. Mag. Mag. Mat.* **242**, **68** (2002).
- ¹⁰ J. Nogués and I. K. Schuller, *J. Mag. Mag. Mat.* **192**, 203-232, (1999).
- ¹¹ Th. G. S. M. Rijks, R. Coehoorn, J. T. F. Daemen and W. J. M. de Jonge, *J. Appl. Phys.* **76** (2) 1092 (1994).
- ¹² B. Dieny, P. Humbert, V. S. Speriosu, S. Metin, B. A. Gurney, P. Baumgart and H. Lefakis, *Phys. Rev. B* **45**, 806 (1992).
- ¹³ J. C. Slonczewski, *J. Mag. Mag. Mat.* **159**, L1 (1996).
- ¹⁴ L. Berger, *Physical Review B* **54**, 9353 (1996).

- ¹⁵ W. H. Rippard, M. R. Pufall, S. Kaka, T. J. Silva, S. E. Russek and J. A. Katine, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 067203 (2005).
- ¹⁶ Z. Li, Y. Charles Li, and S. Zhang, *Phys. Rev. B* **74**, 054417 (2006).
- ¹⁷ S. Kaka, M. R. Pufall, W. H. Rippard, T. J. Silva, S. E. Russek and J. A. Katine, *Nature* **437**, 389 (2005).
- ¹⁸ F. B. Mancoff, N. D. Rizzo, B. N. Engel, S. Tehrani, *Nature* **437**, 393 (2005).
- ¹⁹ V. E. Demidov, U. Hansen and S. O. Demokritov, *Phys. Rev. Lett.* **98**, 157203 (2007).
- ²⁰ G. Gubbiotti, S. Tacchi, G. Carlotti, N. Singh, S. Goolaup, A. O. Adeyeye and M. Kostylev, *Appl. Phys. Lett.* **90**, 092503 (2007).
- ²¹ F. J. Jedema, H. B. Heersche, A. T. Filip, J. J. A. Baselmans, and B. J. van Wees, *Nature (London)* **416**, 713 (2002); *Appl. Phys. Lett.* **81**, 5162 (2002).
- ²² S. Valenzuela and M. Tinkham, *Appl. Phys. Lett.* **85**, 5914 (2004).
- ²³ J. Grollier, V. Cross and A. Fert, *Phys. Rev. B* **73**, 060409(R) (2006).
- ²⁴ K. Y. Guslienko, *J. Nanosci. Nanotechnol.* **8**, 2745 (2008).
- ²⁵ A. Dussaux, B. Georges, J. Grollier, V. Cros, A.V. Khvalkovskiy, A. Fukushima, M. Konoto, H. Kubota, K. Yakushiji, S. Yuasa, K.A. Zvezdin, K. Ando, A. Fert, *Nature Commun.* **1**, 8 (2010).
- ²⁶ A. Ruotolo, V. Cros, B. Georges, A. Dussaux, J. Grollier, C. Deranlot, R. Guillemet, K. Bouzehouane, S. Fusil and A. Fert, *Nature Nanotechnol.* **4**, 528 (2009).
- ²⁷ V. S. Pribiag, I. N. Krivorotov, G. D. Fuchs, P. M. Braganca, O. Ozatay, J. C. Sankey, D. C. Ralph and R. A. Buhrman, *Nature Phys.* **3**, 498 (2007).
- ²⁸ S. Maat, M. J. Carey, and J. R. Childrees, *J. Appl. Phys.* **101**, 093905 (2007).
- ²⁹ J. R. Childress, M. J. Carey, S. Maat, N. Smith, R. E. Fontana, D. Druist, K. Carey, J. A. Katine, N. Robertson, T. D. Boone, M. Alex, J. Moore, and C. H. Tsang, *IEEE Trans. Magn.* **44**, 90 (2008).

- ³⁰ S. I. Kiselev, J. C. Sankey, I. N. Krivorotov, N. C. Emley, R. J. Schoelkopf, R. A. Buhrman, and D. C. Ralph, *Nature (London)* **425**, 380 (2003).
- ³¹ J. G. Zhu and X. Zhu, *IEEE Trans. Magn.* **40**, 182 (2004).
- ³² N. Smith, J. A. Katine, J. R. Childress, and M. J. Carey, *IEEE Trans. Magn.* **42**, 114 (2006).
- ³³ J. R. Childress, M. J. Carey, S. I. Kiselev, J. A. Katine, S. Maat, and N. Smith, *J. Appl. Phys.* **99**, 08S305 (2006).
- ³⁴ J. R. Childress, M. J. Carey, M. C. Cyrille, K. Carey, N. Smith, J. A. Katine, T. D. Boone, A. A. G. Driskill-Smith, S. Maat, K. Mackay, and C. H. Tsang, *IEEE Trans. Magn.* **42**, 2444 (2006).
- ³⁵ N. Smith, S. Maat, M. J. Carey and J. R. Childress, *Phys. Rev. Lett.* **101**, 247205 (2008).
- ³⁶ M. J. Carey, N. Smith, S. Maat, and J. R. Childress, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 102509 (2008).
- ³⁷ S. G. Reidy, L. Cheng and W. E. Bailey, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 1254 (2003).
- ³⁸ G. Woltersdorf, M. Kiessling, G. Meyer, J. U. Thiele, and C. H. Back, *Phys. Rev. Lett.* **102**, 257602 (2009).
- ³⁹ S. Maat, N. Smith, M. J. Carey and J. R. Childress, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 103506 (2008).
- ⁴⁰ R. L. Thomas, M. Zhu, C. L. Dennis, V. Misra and R. D. McMichael, *J. Appl. Phys.*, **110**, 033902 (2011).
- ⁴¹ C. Kaiser, A. F. Panchula and S. S. P. Parkin, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 047202 (2005).
- ⁴² J. L. Prieto, M. G. Blamire, J. E. Evetts, *Phys. Rev. Lett.* **90**, 27201 (2003).
- ⁴³ J. Landes, Ch. Sauer, B. Kabius, and W. Zinn, *Phys. Rev. B* **44**, 8342 (1991).
- ⁴⁴ D. Haskel, G. Srajer, J. C. Lang, J. Pollmann, C. S. Nelson, J. S. Jiang, and S. D. Bader, *Phys. Rev. Lett.* **87**, 207201 (2001).

- ⁴⁵ N. Ishimatsu, H. Hashizume, S. Hamada, N. Hosoi, C. S. Nelson, C. T. Venkataraman, G. Srajer, and J. C. Lang, Phys. Rev. B **60**, 9596 (1999).

Capítulo 2. Técnicas experimentales

En este capítulo se describen brevemente las técnicas experimentales más utilizadas para la realización de esta tesis. No se pretende realizar una explicación exhaustiva de los distintos equipos y técnicas utilizadas, sino dar una visión global de sus principales características. Las diferentes técnicas han sido necesarias para el crecimiento de las estructuras y el procesado de los dispositivos, así como para su caracterización magnética y la realización de distintas medidas eléctricas con campo aplicado.

La mayor parte del trabajo experimental de esta tesis doctoral se ha realizado en las instalaciones del Instituto de Sistemas Optoelectrónicos y Microtecnología (ISOM) de la Universidad Politécnica de Madrid, aunque una parte ha sido realizada en estancias doctorales en los siguientes grupos:

- *Magnetic Materials Research Group* de la University of York (Reino Unido)
- *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*, en Palaiseau (Francia)

Además, se realizó un acceso de dos semanas al Argonne National Laboratory de Chicago, para realizar diferentes medidas en dos líneas del Advance Photon Source.

Cuando ha sido necesario realizar medidas específicas que requerían algún equipo particular, se han utilizado técnicas experimentales adicionales de otras instituciones, como el magnetómetro SQUID en la Universidad Complutense de Madrid o el microscopio electrónico de transmisión y barrido (STEM) en la Universidad de Zaragoza. Esto se especifica tanto en las técnicas experimentales como a lo largo de la memoria de tesis.

2.1. Técnicas de fabricación

En esta sección se describen las principales técnicas utilizadas en el crecimiento de estructuras y el procesado de dispositivos.

2.1.1. Técnicas de crecimiento

I. Pulverización catódica (*Magnetron Sputtering*)

La técnica de crecimiento por pulverización catódica, normalmente conocida como *sputtering*, se basa en el bombardeo de iones de un gas inerte sobre un blanco del material que se desea depositar, y permite crecer películas delgadas de cualquier material. Este equipo consta de una campana de vacío que se rellena del gas inerte a baja presión, en nuestro caso argón (Ar). En el momento de iniciar el crecimiento, se aumenta la presión de Ar en la campana hasta alcanzar el valor necesario ($\sim 10^{-3}$ mbar) y se establece una diferencia de potencial entre el magnetrón que se desea utilizar (que funcionará como cátodo) y el resto de la campana (que actuará de tierra). De esta manera, los iones de Ar que hay inicialmente en la campana, son acelerados hacia el cátodo, ionizando en su camino otros átomos de Ar en los que ocurre nuevamente este proceso, lo que da lugar finalmente a la generación de un plasma. Con la ayuda de unos imanes, los magnetrones crean a su alrededor un campo magnético que modifica las trayectorias de los electrones e iones haciéndolas más largas, lo que aumenta su eficiencia de ionización. Finalmente, los iones impactan con el blanco deseado arrancando átomos de él, que salen despedidos hacia el sustrato depositándose poco a poco hasta formar una película delgada. En la Figura 2.1 podemos ver un esquema del funcionamiento del *sputtering*.

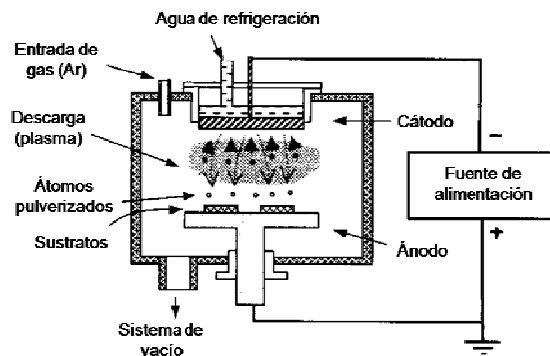


Figura 2.1: Esquema de funcionamiento del *sputtering*.

Uno de los parámetros más importantes del crecimiento de películas delgadas por *sputtering* es la velocidad de crecimiento. Los parámetros que más influyen en la velocidad de crecimiento son los siguientes:

- **Potencia de crecimiento:** Está relacionada con los voltios necesarios para crear arco de plasma en el magnetrón y con la corriente iónica absorbida por el blanco. Al aumentar la potencia de crecimiento se aumenta el número de átomos arrancados del blanco por unidad de tiempo, por lo que aumenta el ritmo de crecimiento.
- **Presión de crecimiento:** Cuanto mayor es la presión de Ar mayor es la concentración de plasma que rodea al blanco. Esto hace que los átomos arrancados del blanco sufran más colisiones con los iones del plasma y disminuya su recorrido libre medio, disminuyendo así su ritmo de crecimiento. Por otro lado, es necesario que la presión de Ar sea suficientemente alta como para que se forme arco de plasma que arranque átomos del blanco.
- **Distancia del magnetrón al sustrato:** Cuanto mayor sea la distancia entre magnetrón y sustrato, más difícil es que los átomos arrancados del blanco lleguen hasta él, y menor energía tienen los átomos que llegan. Por tanto, la velocidad de crecimiento disminuye al aumentar la distancia.

La velocidad de crecimiento afecta a varias propiedades de las estructuras, tales como tamaño de grano, rugosidad y orden estructural y magnético. Para las mismas condiciones de crecimiento, la velocidad es un parámetro que puede variar mucho de unos materiales a otros.

El sistema de *sputtering* más utilizado en esta tesis consta de 6 magnetrones, y una campana de vacío que permite obtener una presión base típica de 10^{-8} mbar, antes de introducir Ar y empezar el proceso de crecimiento. Además de tener este buen vacío residual, en el crecimiento se ha utilizado Ar ultrapurificado, para garantizar la pureza de las intercaras y evitar la oxidación de materiales especialmente delicados. El control de la presión se lleva a cabo mediante una válvula de aguja, y la diferencia de potencial se aplica a través de fuentes de potencia DC, salvo para el crecimiento de aislantes, en que es necesario utilizar una fuente de radiofrecuencia (RF). Al inicio de esta tesis, se

diseñó un portasustratos que cumpliera con las necesidades del crecimiento de nuestras muestras adaptándolas a nuestro equipo de *sputtering*. El portasustratos consta de dos imanes que generan un campo magnético en la zona en que se coloca el sustrato. De esta manera, se induce una anisotropía magnética en el material depositado, en la dirección de este campo magnético¹. Los magnetrones están colocados en la tapa de la campana formando un círculo. El portasustratos está conectado a un rotador externo a la campana, situado en el centro del círculo formado por los magnetrones. Este rotador se puede girar manualmente, de manera que se controla la posición del sustrato dentro de la campana, que se puede desplazar fácilmente de un magnetrón a otro. Además, se han diseñado también unas láminas de aluminio que separan los espacios de los distintos blancos. De esta manera, es posible tener encendido simultáneamente el plasma en dos blancos contiguos y depositar uno de los materiales en el sustrato sin que este se contamine con el material del otro blanco.

Este equipo se ha utilizado para el crecimiento la mayor parte de las estructuras de esta tesis, con alguna excepción. Durante la estancia doctoral en la Universidad de York se utilizó el equipo de *sputtering* HiTUS (High Target Utilisation Sputtering System) perteneciente al Grupo de Materiales Magnéticos (*Magnetic Materials Research Group*) del Departamento de Física de esta universidad, cuyas particularidades se pueden consultar en Ref. [2]. Por último, para el estudio de multicapas de Py/Mo que se incluye en la sección 3.3.1 de esta tesis, se ha utilizado un equipo de *sputtering* diferente, que pertenece también a nuestro instituto. La principal diferencia de este equipo es que la anisotropía se induce a través del ángulo de incidencia del haz ^{3,4}, en lugar de con un campo magnético aplicado mediante imanes.



Figura 2.2: (a) Sistema de *sputtering* utilizado en nuestro Instituto y (b) sistema HiTUS utilizado en la Universidad de York.

2.1.2. Técnicas de procesamiento de dispositivos

I. Técnicas de litografía

i. Litografía óptica

La litografía óptica consiste en exponer localmente a luz ultravioleta una foto-resina. Esta foto-resina es básicamente un polímero cuyas propiedades le hacen fragmentarse en las zonas que han sido expuestas a fotones con esa determinada longitud de onda. Después de la exposición, la muestra se introduce en un revelador en el que se disuelve la parte de la resina fragmentada por la exposición, dejando el resto intacto. Existen varios tipos de foto-resinas con distintas propiedades, donde cabe destacar las llamadas ‘resinas negativas’, en las cuales el proceso litográfico ocurre de manera inversa, es decir, la parte de la resina que se fragmenta es la que no ha sido expuesta a luz UV, mientras que la zona expuesta permanece intacta.

Para homogeneizar y controlar el espesor de la resina, esta se distribuye uniformemente sobre la muestra utilizando un centrifugador (*spinner*) antes de la exposición. Variando la velocidad del *spinner* (típicamente estará entre 1000 y 5000 rpm) y si es necesario, la concentración de disolvente en la resina, se puede controlar su espesor de cara a optimizar sus propiedades para el proceso deseado. Para que el proceso litográfico se realice correctamente, hay otros parámetros que es necesario optimizar, como tiempo de exposición, tiempo de revelado, elección de resina y revelador, temperatura y tiempo de recocido o potencia de la lámpara. Para exponer a la luz UV ciertas zonas de la muestra sin modificar otras se utilizan máscaras de litografía, que dejan pasar la luz solo por determinados motivos impresos en ellas.



Figura 2.3:(a) Sistema de litografía óptica Karl Suss MJB3. (b) Sistema de *spinner* y horno utilizados en la preparación de muestras.

El equipo utilizado es un modelo Karl Suss MJB3 (Figura 2.3(a)), que consta de una lámpara de Mercurio de 350 W que emite a una longitud de onda de 350-450 nm y tiene una resolución de 0.6 μm .

ii. Litografía electrónica

El proceso de litografía electrónica sigue los mismos principios que la litografía óptica, con la diferencia de que en lugar de exponer la resina a un haz de luz UV, esta se expone a un haz de electrones focalizado que excita la zona con la que entra en contacto. De esta manera, se consigue mucha más precisión que con la litografía óptica, puesto que la longitud de onda de los electrones es mucho menor que la de la luz UV. Para realizar el proceso de litografía electrónica correctamente, es necesario optimizar una serie de parámetros, donde hay que destacar la intensidad del haz electrónico utilizado y su dosis.

El equipo utilizado en esta tesis es un modelo Crestec CABL-9500C, con una resolución de línea de 10 nm.

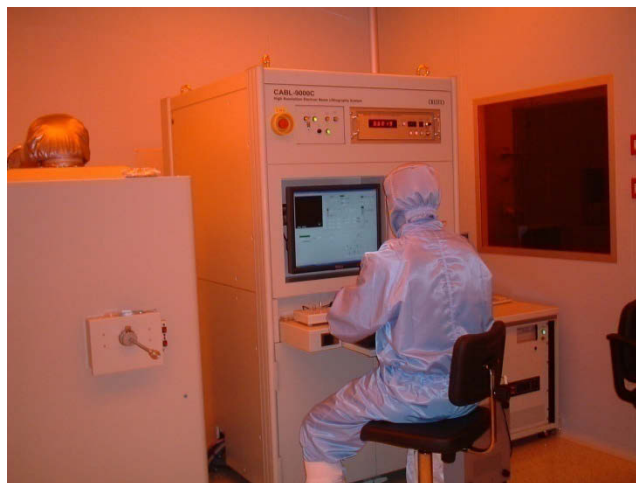


Figura 2.4: Equipo de litografía electrónica utilizado en esta tesis.

II. Técnicas de grabado

i. Grabado por haces de iones (Ion Beam Etching-IBE/Ar-Milling)

El grabado por haces de iones es una técnica de grabado o ataque físico, en la cual se utiliza un plasma de iones de un gas inerte (en nuestro caso Argon), que mediante una diferencia de potencial en la campana son acelerados en dirección a la muestra que se

desea grabar. Los iones llegan a la superficie con mucha energía y la golpean haciendo que se desprendan átomos de ella. Esta es una técnica de grabado más direccional que las técnicas de ataque químico, por lo que es recomendable en el procesado de pilares magnéticos o dispositivos multicapa, donde un grabado poco direccional podría resultar en el acoplo de las diferentes capas del dispositivo.

Esta técnica se ha utilizado tanto en nuestro instituto, en el procesado de *spin valves* con configuración CPP, como en la estancia en el centro *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*, en el procesado de los nanopilares magnéticos. El equipo utilizado en el centro *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales* permite rotar la muestra mientras se realiza el grabado, por lo que este será mucho más homogéneo a lo largo de todo el área de la muestra. Además, el equipo dispone de un espectrómetro de masas de detección de iones secundarios (SIMS - Secondary Ion Mass Spectrometry) que permite conocer con buena precisión que material se está atacando en tiempo real, lo que es de gran utilidad en el grabado de nanopilares de multicapas magnéticas, en que se necesita una gran precisión.

ii. Grabado por iones reactivos (Reactive Ion Etching – RIE)

El grabado por iones reactivos es una técnica de ataque físico y químico. En ella, se crea un plasma de iones que interaccionan con la superficie de la muestra. Se diferencia del grabado por haces de iones (IBE) en que en el RIE los iones son poco energéticos y el grabado de la muestra se produce debido a una reacción química. Esta técnica es menos direccional que el IBE, pero presenta la ventaja de que se pueden controlar las condiciones de la reacción química (elección de gases, etc...), de manera que el ataque solo afecte a determinados materiales dejando otros prácticamente intactos. Esta técnica se ha utilizado sobre todo en el centro *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*, para el procesado de los nanopilares magnéticos, en una etapa del proceso que requiere atacar químicamente una capa de resina SU(8) endurecida, sin afectar prácticamente a los metales de las estructuras.



Figura 2.5: Equipo de ataque por iones reactivos (RIE).

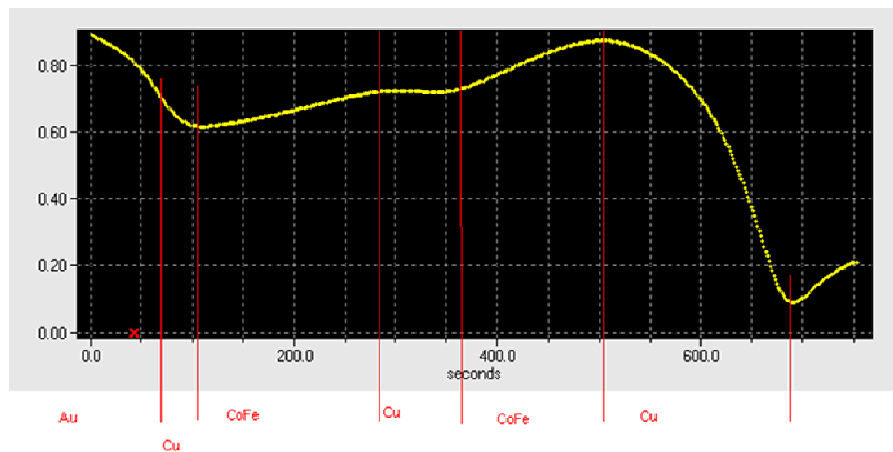


Figura 2.6: Ejemplo de ataque RIE de una estructura multicapa metálica, con una indicación de los materiales atacados en cada momento.

2.2. Técnicas de caracterización

2.2.1. Caracterización magnética

I. Magnetómetro de muestra vibrante (*Vibrating Sample Magnetometer-VSM*)

El magnetómetro de muestra vibrante (VSM)⁵ es probablemente la técnica de caracterización magnética de películas delgadas más extendida en investigación actualmente. Este equipo se ha utilizado para la caracterización magnética de las diferentes estructuras, principalmente a temperatura ambiente. El sistema de nuestro instituto es un modelo LakeShore 7304, y con él que se han medido la gran mayoría de

los ciclos de histéresis de esta tesis, exceptuando alguna medida que se realizó en el VSM de la Universidad de York. El equipo LakeShore 7304 consta de un electroimán a través del cual se hace pasar corriente, de manera que se genera un campo magnético entre las dos placas de este. En el espacio entre estas placas (entrehierro) se encuentran unos carretes secundarios y una varilla, en el extremo de la cual se coloca la muestra, que se imana debido al campo magnético generado por el electroimán. La varilla con la muestra imanada, se hace vibrar con un movimiento vertical, de manera que su distancia a los carretes secundarios cambia produciendo variación del flujo de campo a través de ellos. Esto induce una señal eléctrica en los carretes secundarios que es proporcional a la imanación de la muestra. De esta manera, el equipo permite medir la imanación de nuestra muestra en función del campo magnético que está aplicándose en cada momento. La cabeza del VSM puede girar 360° lo que permite el estudio de las anisotropías magnéticas en el plano de la muestra. Además, el equipo dispone de un criostato de nitrógeno líquido y de un horno con controlador de temperatura, de manera que es posible realizar medidas en un rango de temperaturas desde 80 K hasta 1300 K aproximadamente. El equipo tiene una sensibilidad de $5 \cdot 10^{-6}$ emu, y permite aplicar un campo máximo de 14.5 KOe (1.45 T) en su configuración estándar. Como el criostato se coloca entre las piezas del electroimán, a baja T solo es posible aplicar campos máximos del orden de 10 KOe (1 T). La Figura 2.7 muestra un esquema del funcionamiento del VSM así como una imagen del conjunto del equipo utilizado; electroimán, varilla y sistema de detección.

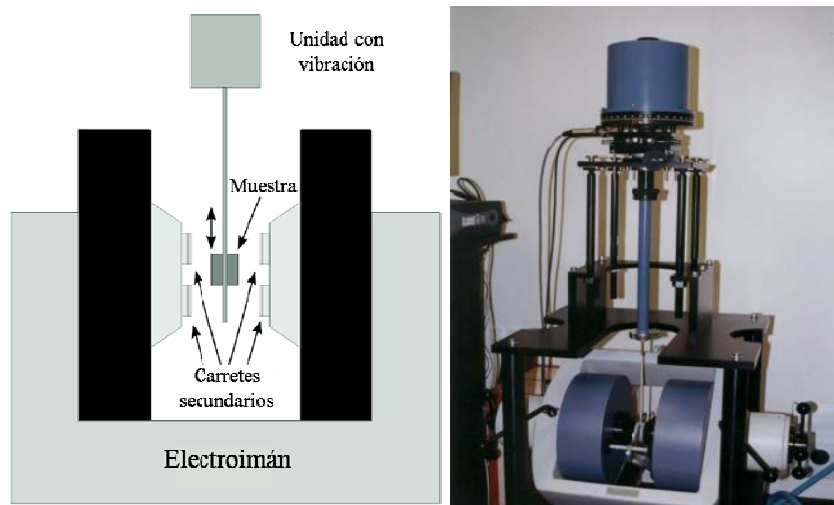


Figura 2.7:(a) Esquema de funcionamiento del VSM. (b) VSM LakeShore 7304.

II. Magnetómetro SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*)

El magnetómetro SQUID es la técnica de caracterización magnética con más resolución que existe. Además, presenta la ventaja sobre el VSM de que permite realizar medidas a muy baja temperatura (4K), y aplicando campos magnéticos elevados. El funcionamiento del magnetómetro SQUID se basa en pequeños anillos superconductores con uno o varios dispositivos (dependiendo del tipo de SQUID) conocidos como uniones Josephson. Las uniones Josephson contienen dos superconductores separados por un aislante tan fino que permite el paso de los electrones a través de él, y son capaces de detectar variaciones de un cuanto de flujo magnético ($h/2e$). La unión Josephson tiene una altísima sensibilidad, por lo que no se mide directamente con ella. La muestra se mueve verticalmente entre dos bobinas superconductoras, que se encuentran conectadas a la unión mediante hilos superconductores. El voltaje inducido en las bobinas genera variaciones en la corriente que circula por los hilos superconductores, y estas son las variaciones detectadas en la unión Josephson, que se encuentra apantallada magnéticamente. Este sistema, con la electrónica de control adecuada, consigue una sensibilidad de 10^{-8} emu.

Esta técnica, por otro lado, presenta algunas desventajas. La muestra se desplaza verticalmente una distancia de entre 4 y 12 cm dentro de las bobinas superconductoras, por lo que es necesario que el campo magnético sea uniforme en una región espacial relativamente grande (en comparación con el VSM, por ejemplo, donde la muestra vibra con una amplitud de 1mm aproximadamente). Por otro lado, como se ha dicho el campo magnético se aplica con bobinas superconductoras, que necesitan un tiempo para que los vórtices se estabilicen, que puede oscilar entre 0.5 y 5 minutos, dependiendo de la corriente aplicada en las bobinas. Estas medidas, por tanto, necesitan bastante más tiempo que las realizadas por otras técnicas de caracterización magnética. Finalmente, hay que destacar que el funcionamiento del magnetómetro SQUID requiere He líquido, lo que supone un alto coste de mantenimiento. Debido a estas razones, y principalmente a su elevado coste, este sistema solo se utiliza cuando sus altas prestaciones son realmente necesarias, es decir, para realizar medidas a baja temperatura o para medir muestras que presentan una señal magnética muy baja.

Esta técnica se ha utilizado en la tesis para realizar medidas magnéticas a baja temperatura. En concreto, se han realizado medidas magnéticas en el plano en el estudio

de dobles *spin valves* (DSV) y en tricapas con Gd para distintos espesores de Gd, y también se ha utilizado en medidas magnéticas perpendiculares al plano en película delgada como método para calcular la imanación de saturación (M_s) del material de la película delgada. Parte de las medidas de SQUID se han realizado en la Universidad de Zaragoza y otra parte en el magnetómetro SQUID del CAI de Técnicas Físicas de la Universidad Complutense de Madrid. El modelo de SQUID utilizado fue un MPMS de *Quantum Design*, que en su configuración estándar permite trabajar en un rango de temperatura que va de 4 hasta 400 K.

III. Magnetómetro de gradiente de campo alterno (AGFM)

Esta técnica se basa en la aplicación sobre una muestra imanada de una fuerza alterna periódica, provocada por el gradiente de campo magnético que crean unas bobinas por las que se hace pasar corriente alterna. Las oscilaciones inducidas en la muestra son directamente proporcionales a su imanación. Se obtiene una alta sensibilidad debido a que se coloca la muestra al final de un cantiléver en contacto con una pieza de material piezoeléctrico, y se provoca que oscile con una frecuencia próxima a la resonancia mecánica del sistema muestra-cantiléver. Al aplicar sobre el sistema un campo magnético continuo, aparece otra fuerza sobre la muestra que se traduce en un cambio en la frecuencia de oscilación del sistema muestra-cantiléver. Esta variación de la frecuencia es proporcional a la variación de imanación de la muestra.

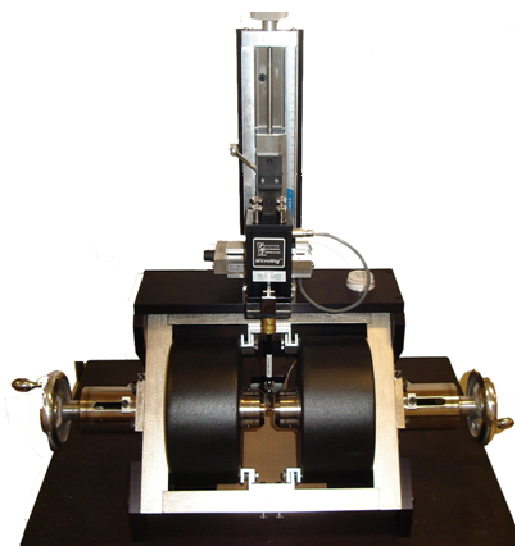


Figura 2.8: Equipo AGFM modelo 2900 de Princeton Measurements

Este equipo se utilizó en la estancia en la Universidad de York, para la caracterización magnética de *spin valves* crecidas durante la estancia. El equipo es un AGFM comercial modelo 2900 de *Princeton Measurement Corporation*. Este equipo tiene una sensibilidad del orden de 10^{-7} emu (es más sensible que el VSM) y permite la aplicación de campos magnéticos hasta 1 Tesla.

2.2.2. Caracterización estructural

I. Microscopio electrónico de transmisión (TEM)

La microscopía electrónica es una técnica basada en la utilización de un haz de electrones para producir una imagen, mientras que la microscopía óptica utiliza luz de longitud de onda visible. La resolución de los microscopios electrónicos es mucho mayor que la de los microscopios ópticos ya que en estos la capacidad amplificadora está limitada por la longitud de onda visible. La particularidad del microscopio electrónico de transmisión (TEM) frente a otros equipos de microscopía electrónica es que la imagen se construye a partir de electrones que han pasado *a través* de la muestra, por lo que es necesaria la preparación de una sección o *lamela* de la muestra de espesor muy pequeño (típicamente inferior a 2000 Amstrongs), con anterioridad al uso de la técnica.

Un microscopio electrónico de transmisión tiene una fuente de emisión de electrones, por ejemplo un cañón con un filamento de tungsteno. Mediante una diferencia de potencial estos electrones son emitidos hacia el vacío, donde es necesario formar el haz que debe ser dirigido hacia la muestra, colimado y focalizado. Para esta manipulación del haz se utiliza un complejo sistema de lentes magnéticas (ya que las lentes convencionales no actúan sobre los electrones), que pueden modificar la trayectoria de los electrones y focalizarla; así como campos eléctricos que deflectan el haz y desplazan lateralmente su trayectoria. Finalmente, unas lentes de proyección se encargan de expandir el haz transmitido en una pantalla de visualización que registre la imagen aumentada. Una parte muy importante del TEM es el sistema de vacío, ya que es necesario operar a presiones muy bajas para obtener un flujo ininterrumpido de electrones y reducir sus colisiones con moléculas de aire a niveles despreciables. En general, un microscopio de transmisión puede aumentar una imagen hasta un millón de veces.

Una versión más desarrollada del TEM es el microscopio electrónico de barrido y transmisión (STEM), que se distingue del TEM convencional en que el haz de electrones se focaliza hasta convertirse en un punto muy fino, con el que se escanea toda la muestra que se estudia punto por punto. Este método permite utilizar este microscopio para técnicas de análisis y formación de mapas, como la espectroscopía electrónica de pérdidas de energía (EELS). Estas señales se pueden obtener simultáneamente permitiendo establecer una correlación directa entre datos e imágenes. El haz de electrones convergente de alta energía del STEM proporciona información de la muestra incluso en dimensiones atómicas. Al añadir EELS es posible identificar elementos y estructuras electrónicas, así como determinar dónde está cada elemento con muy alta precisión.

Esta técnica ha sido utilizada en esta tesis para caracterizar microscópicamente algunas muestras SV y dobles *spin valves* (DSVs). La caracterización ha sido realizada por el Dr. César Magén en el Instituto de Nanociencia de Aragón (INA), perteneciente a la Universidad de Zaragoza. Las muestras han sido caracterizadas combinando la técnica de microscopía electrónica de barrido y transmisión (STEM) con espectroscopía electrónica de pérdidas de energía (EELS) en un microscopio Titan 60-300 de ultra alta resolución (Figura 2.9), equipado con un filtro de energía Gatan Tridiem ERS 866, uno de los más avanzados TEM que existen en el mundo.



Figura 2.9: Microscopio Titan 60-300 de la Universidad de Zaragoza.

La técnica TEM también se utilizó en la estancia en la Universidad de York, donde se obtuvieron imágenes de las SV crecidas durante la estancia para estudiar el tamaño de grano de las estructuras.

II. Microscopio de fuerzas atómicas (AFM)

El microscopio de fuerzas atómicas (AFM)⁶ es un instrumento mecánico-óptico capaz de detectar las fuerzas atómicas que sufre una punta afilada al recorrer la superficie de una muestra. Esta punta está acoplada a una micropalanca muy sensible, que puede detectar fuerzas del orden de piconewtons (10^{-12} N). Las fuerzas atómicas producidas por la muestra producen una pequeña deflexión en la micropalanca sobre la que está montada la punta. El sistema cuenta con un fotodiodo y un haz láser que se refleja sobre la parte posterior de la micropalanca, de manera que cuando se produce una flexión en esta, el haz láser reflejado cambia de dirección detectándose así la fuerza sufrida por la punta en un fotodetector. El tamaño y el radio de la punta determinan la resolución de AFM, pudiendo llegar a 1 angstrom en su resolución vertical y unos pocos angstroms en su resolución lateral. El AFM consta de dos modos de funcionamiento: el modo contacto, en que la punta se desplaza lateralmente barriendo la superficie de la muestra mientras se registra la mayor o menor flexión de la micropalanca; y el modo *tapping*, en que la punta se hace oscilar verticalmente a una frecuencia próxima a la de su resonancia mientras se desplaza por la muestra a una cierta distancia de su superficie (normalmente decenas de nanómetros). Al interaccionar la punta con la muestra aparecen fuerzas de Van der Waals que modifican esa oscilación. El equipo cuenta con un sistema de retroalimentación que mantiene constante o bien la frecuencia, o bien la amplitud de oscilación, y registra la imagen topográfica de la superficie. Esta técnica de microscopía permite analizar todo tipo de muestras.

El microscopio de fuerzas atómicas (AFM) se ha utilizado para el control topográfico de las etapas finales del procesado de nanopilares magnéticos, durante la estancia en la *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*. En concreto, ha sido necesario para optimizar el proceso de planarización de la resina SU(8). Una vez terminado este proceso en cada muestra, se ha procedido a observar por AFM la topología de la SU(8) planarizada, cuyas propiedades son críticas puesto que debe funcionar de aislante, y a comprobar que el espesor de nanopilar que sobresale de ella es el correcto. Esta es la etapa más crítica

de este procesado. Puesto que la punta del AFM debía medir nanopilares con dimensiones en torno a 100 nm, es decir, muy frágiles, solo se ha utilizado el modo *tapping* en que la punta y la superficie de la muestra no entran en contacto en ningún momento.

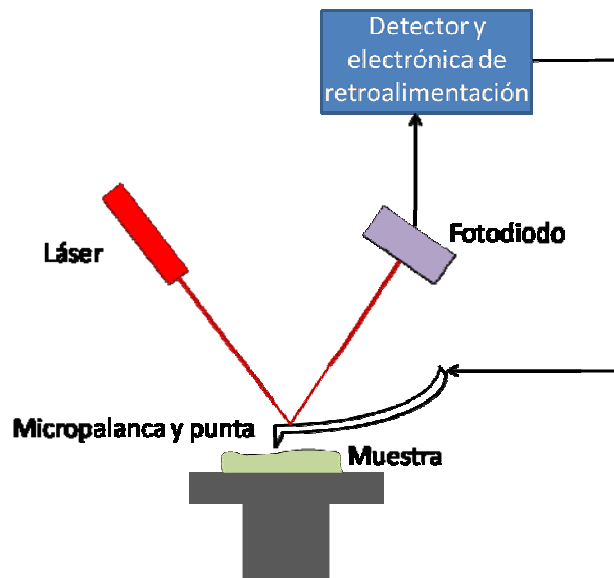


Figura 2.10: Esquema de funcionamiento básico de un sistema AFM.

2.2.3. Caracterización eléctrica

La mayor parte de las medidas de caracterización eléctrica de esta tesis se ha realizado en las instalaciones de la Universidad Politécnica de Madrid, tanto en el Instituto de Sistemas Optoelectrónicos y Microtecnología como en el laboratorio del Departamento de Física Aplicada de la E.T.S.I. de Telecomunicaciones. En estas instalaciones, se han realizado medidas de transporte y de magnetorresistencia (MR) a distintas temperaturas, así como el estudio de transferencia de espín (Spin Transfer Torque –STT–) en nanopilares magnéticos, mediante medidas de resistencia en función de la corriente con campo magnético constante aplicado, tanto a temperatura ambiente como a baja temperatura.

Parte de las medidas de nanopilares magnéticos ha sido realizada en la estancia en la *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*. Se realizaron medidas de MR así como de transferencia de espín a temperatura ambiente.

En la estancia en la Universidad de York se llevó a cabo la caracterización magnetoeléctrica de las *spin valves* crecidas en sus instalaciones, en función de la temperatura.

Cuando se empezó el estudio de los ciclos de MR de las DSV en función de la T, el criostato de nuestro instituto no estaba en funcionamiento. Algunas de esas medidas iniciales de MR de DSV a baja temperatura fueron realizadas por el Dr. J. M. Michalik en las instalaciones de la Universidad de Zaragoza.

I. *Spin valves*

i. Configuración CIP

Para la medida de *spin valves* con configuración CIP, se utilizó el método de las 4 puntas para medir la resistencia eléctrica de las muestras, mientras se aplicaba un campo magnético paralelo al plano de la muestra, generalmente en la dirección de circulación de la corriente y coincidiendo con la dirección de anisotropía de las muestras.

Las medidas de MR a baja temperatura de SV correspondientes al capítulo 4 de esta tesis, fueron realizadas en las instalaciones del ISOM, introduciendo las muestras en nitrógeno líquido (77 K) durante el tiempo en que transcurría la medida. Las medidas de MR en función de la temperatura, realizadas en las SVs crecidas en la Universidad de York, fueron realizadas en las instalaciones de esta universidad, en un criostato de nitrógeno líquido con control de la temperatura entre 77 K y RT.

ii. Configuración CPP

Los dispositivos *spin valve* con configuración CPP, al ser uniones metálicas con un espesor de nanómetros y un área del orden de μm , tienen una resistencia muy pequeña. La variación de esta resistencia ante campo magnético es en ocasiones comparable al nivel del ruido de nuestro sistema experimental de medida con el método de 4 puntas. Por este motivo, para la medida de MR de estos dispositivos se ha utilizado un sistema experimental que llamamos '*compensado*'.

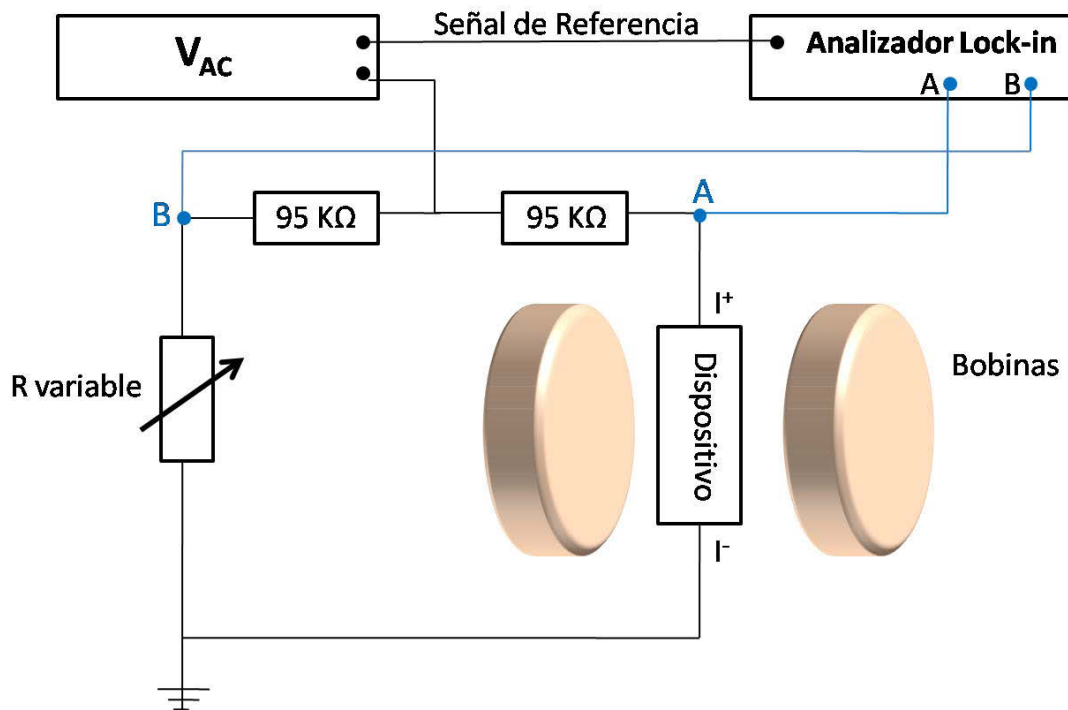


Figura 2.11: Representación esquemática del dispositivo experimental ‘compensado’.

En este sistema, que podemos ver esquematizado en la Figura 2.11, la corriente fluye por dos canales en paralelo, en uno de los cuales pasa por una resistencia variable mientras que en el otro se encuentra con el dispositivo que se desea medir. Finalmente, ambos canales están conectados a tierra. Con la ayuda de un analizador *lock-in* medimos la diferencia de potencial entre dos puntos equivalentes, uno de cada canal del circuito (puntos A y B en la Figura 2.11). Antes de empezar la medida de MR, se ajusta la resistencia variable para que sea igual a la de nuestro dispositivo, de manera que el *lock-in* mide $V(A) - V(B) = 0$. Esta configuración, en que la resistencia variable ‘compensa’ la resistencia del dispositivo, permite utilizar la máxima sensibilidad del analizador *lock-in* al poder seleccionar su rango mínimo sin que el equipo se sature. Si aplicamos campo magnético y se produce una variación de la resistencia del dispositivo, mediremos $V(A) - V(B) \neq 0$. Aunque en estos dispositivos la variación de resistencia es muy pequeña, con este sistema experimental podemos detectarla gracias a que estamos usando la máxima sensibilidad del equipo de medida.

II. Dobles *spin valves* (DSV)

El tipo de medida realizado es el mismo descrito en el apartado 2.2.3.I para configuración CIP, pero las medidas a baja temperatura se realizaron con la ayuda de un criostato de Helio líquido que permite controlar la temperatura desde unos 4 K hasta 350 K.

III. Nanopilares magnéticos

Se utilizó el método de dos puntas para medir la resistencia de los nanopilares magnéticos, mientras se aplicaba campo magnético en la dirección de anisotropía de la muestra. Se han realizado medidas a RT tanto en las instalaciones del ISOM como en las de la *Unité Mixte de Physique CNRS/Thales*. Las medidas a baja temperatura se han realizado en el ISOM con la ayuda de un criostato de Helio líquido que permite controlar la temperatura desde unos 4 K hasta 350 K.

2.3 Referencias

- ¹ J. W. Wieberdink, K. J. M. Eijkel, IEEE Trans. Magn. **25**, 4278 (1989).
- ² M. Vopsaroiu et al., Journal of Optoelectronics and Advanced Materials **7**, No. 5, 2713 (2005).
- ³ E. W. Pugh, E. L. Boyd, and J. F. Freedman, IBM J. Res. Dev. **4**, 163 (1960).
- ⁴ K. Hara, T. Hashimoto, and E. Tatsumoto, J. Phys. Soc. Japan **28**, 254 (1970).
- ⁵ S. Foner, Rev. Sci. Instrum. **30**, 548 (1959).
- ⁶ G. Binning, C. F. Auqte, Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).

Capítulo 3. Optimización del crecimiento de estructuras y caracterización

3.1. Introducción

Este capítulo se divide en dos grandes secciones bien diferenciadas. La primera sección incluye el trabajo dedicado a la optimización del crecimiento de distintas estructuras utilizadas en la tesis, principalmente *spin valves*. Se dedica una sección amplia porque la optimización de efectos como *Exchange bias* (H_{ex}) y Magnetorresistencia (MR) ha sido una parte importante y compleja del trabajo realizado. En segundo lugar, en este capítulo se presenta la caracterización de diferentes sistemas magnéticos multicapa, gracias a la que se ha obtenido información importante de materiales y estructuras utilizados a lo largo de esta tesis.

3.2. Optimización del crecimiento de estructuras

Antes de proceder a la realización de los diferentes estudios en *spin valves* como los que han dado lugar a los capítulos 4 y 5 de esta tesis, ha sido necesario optimizar el crecimiento de *spin valves* convencionales, hasta obtener valores de MR suficientemente altos y un ‘plateau’ claro de alta resistencia en las curvas de MR, asociado a un estado antiparalelo de las imanaciones.

El crecimiento de *spin valves* es un proceso muy delicado que exige ser sistemático y cuidadoso para obtener buenos valores de *Exchange bias* y MR, con resultados repetitivos. El proceso de optimización de este crecimiento ha puesto de relieve la gran cantidad de aspectos críticos a tener en cuenta, y ha supuesto una parte importante del trabajo de tesis. Conviene recordar que los valores (presión, potencia, velocidad de

crecimiento, etc...) que optimizan nuestras estructuras no tienen porqué ser los mismos en sistemas de *sputtering* diferentes.

A lo largo de los distintos estudios de la tesis se han utilizado diferentes estructuras *spin valve*. Esta sección contiene la parte del trabajo dedicada a la optimización del crecimiento de estas estructuras.

3.2.1. *Spin valves* de estructura Py/Cu/Py/FeMn

Para las condiciones básicas de crecimiento de las muestras, se ha elegido la mínima presión posible que permite la formación de plasma estable en todos los blancos utilizados. Esta presión resultó ser 5mTorr. A bajas presiones pretendemos minimizar los defectos (gases ocluidos) en las capas y en las intercaras. Para la elección de la potencia de crecimiento del Py se depositaron películas delgadas de este material a distintas potencias, y se realizaron ciclos de histéresis de ellas con la ayuda del VSM. Se eligió la potencia utilizada en la muestra que mostraba mejores propiedades como material magnético blando, más anisotropía y menor campo coercitivo, que resultó ser 60 watts. Una vez decididas estas condiciones básicas de crecimiento se procedió a la optimización del efecto de anisotropía de canje o *Exchange bias*.

I. Anisotropía de canje (*Exchange bias*)

El efecto de anisotropía de canje o *Exchange bias* (H_{ex}) es quizás la parte más crítica de la fabricación de *spin valves*. Este efecto es de vital importancia para conseguir el estado antiparalelo de las imanaciones de las capas magnéticas y debe ser tan grande como sea posible. Por simplicidad, inicialmente en esta tesis se ha utilizado el sistema Py/FeMn, puesto que estos materiales habían sido utilizados con anterioridad en nuestro instituto y hay un buen conocimiento de sus propiedades. La optimización en nuestro equipo de *sputtering* del efecto de *Exchange bias* en este sistema Py/FeMn no ha resultado ser un proceso trivial en absoluto. Se ha observado que el H_{ex} es un efecto muy delicado que, entre otras muchas cosas, requiere de extrema limpieza y pureza en la intercara entre el material magnético y el antiferromagnético (AFM).

Optimización del efecto de *Exchange bias* en una bicapa Py/FeMn

Lo primero que hay que destacar es que el orden de crecimiento de los materiales tiene mucha importancia. Con nuestro equipo de *sputtering*, utilizando el sistema FeMn/Py (es decir, con el FeMn debajo del Py) no se ha observado en ningún caso el más mínimo H_{ex} , ni mediante la variación de las condiciones de crecimiento (incluyendo espesores, potencia de crecimiento, etc...), ni realizando un recocido posterior al crecimiento a temperaturas superiores a la temperatura de Néel del FeMn, y enfriando posteriormente con campo magnético de saturación aplicado. La única manera en que hemos obtenido buen valor de H_{ex} en nuestro sistema de crecimiento ha sido depositando primero el Py en presencia de campo magnético. De esta manera, cuando el AFM se deposita encima, lo hace de forma ordenada (antiferromagnéticamente) debido al acoplo de canje de sus primeras capas con el Py.

Para la optimización del efecto de H_{ex} se ha procedido a optimizar los siguientes parámetros:

- Espesor de Py.
- Espesor de FeMn.
- Potencia de crecimiento del FeMn.
- Condiciones de limpieza del sustrato.
- Condiciones de limpieza durante el crecimiento: vacío de base en la campana, calidad del Ar utilizado, minimización del tiempo transcurrido entre el crecimiento de las capas.
- Se ha probado a utilizar buffer y capping de Mo y se han variado sus espesores.
- Se ha probado a utilizar buffer y capping de Ta y se han variado sus espesores.

Limpieza en la intercara

En el proceso de optimización, hemos observado que es de vital importancia la pureza de la intercara. En las muestras con mejores valores de H_{ex} se ha depositado el material con un vacío de base muy alto en la campana (presión inferior a 6×10^{-8} mbar), se ha

utilizado Ar ultrapurificado y los blancos de los dos materiales utilizados se han colocado en magnetrones contiguos. En el crecimiento, el plasma en ambos magnetrones ha estado encendido simultáneamente de manera que el crecimiento de ambas capas ha tenido lugar con muy pocos segundos de diferencia.

Potencia de crecimiento y espesor del FeMn

Un parámetro que ha resultado ser clave en el H_{ex} es la potencia de crecimiento del FeMn. En una primera fase de la optimización, este parámetro se mantuvo constante en un valor bajo mientras se optimizaban otros parámetros. En la Figura 3.1(a) se pueden ver algunos valores de H_{ex} , para muestras de Py/FeMn con diferentes espesores de antiferromagnético, para una potencia de crecimiento de esta capa de 30 watts. Como se puede ver el valor de H_{ex} obtenido es muy bajo en todas las muestras, con un valor máximo de unos 25 Oe que solo se observa en una muestra y para un espesor de FeMn muy grande (más de 40 nm). Si observamos todo el rango de espesores estudiado, no se aprecia una dependencia del H_{ex} con el espesor de FeMn acorde a la teoría y la literatura (Ver Figura 1.6(b) en la introducción de esta tesis).

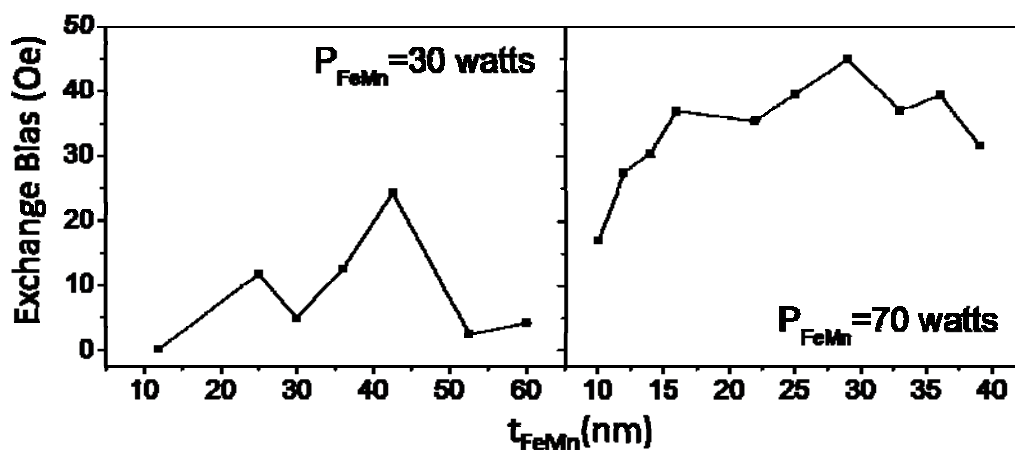


Figura 3.1: Evolución del efecto de *Exchange bias* en función del espesor de FeMn en muestras de estructura Py(9nm)/FeMn(t) donde el FeMn ha sido crecido (a) a 30 watts y (b) a 70 watts.

En la Figura 3.1(b) podemos ver valores de H_{ex} en función del espesor de FeMn correspondientes a una serie de muestras similar en que el FeMn ha sido depositado a una potencia de 70 watts. Como se puede ver, prácticamente todos los valores de H_{ex} en esta serie están por encima de los de la serie de 30 watts, alcanzándose valores próximos a los 40 Oe para espesores de unos 15 nm de FeMn. En este caso, además, la dependencia del H_{ex} con el espesor de FeMn es mucho más acorde a la esperada. Para espesores bajos de FeMn el H_{ex} aumenta rápidamente, hasta que alcanza un valor máximo para un determinado espesor de FeMn, a partir del cual el H_{ex} se mantiene estable independientemente del espesor.

Cuando se aumentó la potencia de crecimiento de FeMn a 100 watts (máxima potencia utilizada hasta ahora en nuestro *sputtering*) se obtuvo la mayor mejora en el valor de H_{ex} de todo el proceso de optimización. La Figura 3.2 muestra el ciclo de histéresis de una bicapa de este tipo, donde el FeMn está crecido a 100 watts. Se puede observar que el H_{ex} de la capa ligada está en este caso alrededor de 95 Oe.

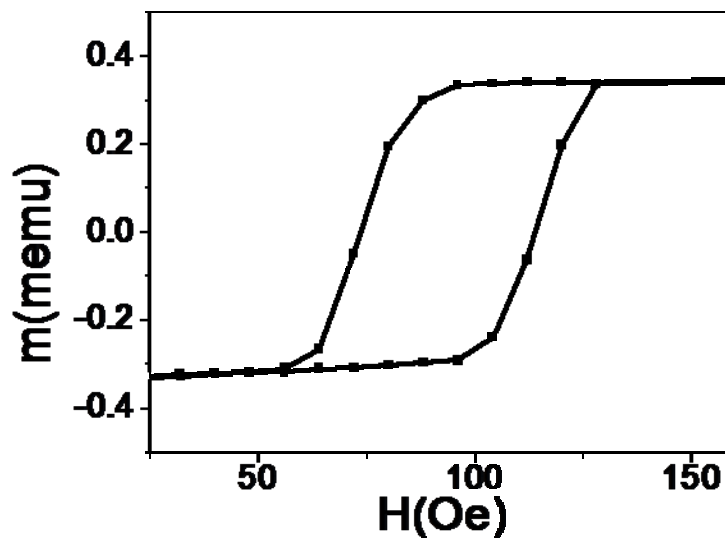


Figura 3.2: Ciclo de histéresis correspondiente a una bicapa Ta(2nm) / Py(9 nm) / FeMn (15 nm) / Ta(2nm) con el FeMn crecido a una potencia de 100 watts.

La razón de que la potencia de crecimiento del FeMn tenga un efecto tan grande en el H_{ex} está probablemente relacionada con que la potencia repercute directamente en la velocidad de crecimiento, que a su vez determina la energía con la que los átomos

llegan al sustrato y el tamaño de grano de la película de FeMn formada, factores que influyen en el H_{ex} del sistema¹. Además, cuanto más rápido se realiza el crecimiento de un material menor será el tiempo de crecimiento, y puesto que este es el tiempo durante el cual pueden entrar contaminantes en la estructura, a mayor velocidad de crecimiento mayor limpieza en la capa de material obtenida.

Optimización del efecto de *Exchange bias* en Py/FeMn dentro de una estructura *spin valve*

Para comprender correctamente el fenómeno de H_{ex} y simplificar el proceso de optimización, el estudio inicial se realizó, como se ha dicho, en bicapas Py/FeMn. Sin embargo, se desea utilizar estas bicapas dentro de estructuras *spin valve*, donde el efecto de H_{ex} es una herramienta para conseguir que las imanaciones de las capas magnéticas de la SV se inviertan a campos suficientemente diferentes, obteniéndose así un estado antiparalelo de las imanaciones bien definido. Así, hay que tener en cuenta que las características particulares de cada estructura *spin valve* pueden afectar al H_{ex} , y de la misma manera las características de la bicapa responsable del H_{ex} afectarán a otras propiedades de las *spin valves* (por ejemplo, a su MR). Por tanto, la optimización del efecto de H_{ex} y la optimización de las SVs no se puede hacer de manera totalmente independiente.

En primer lugar, el espesor de los materiales de la bicapa Py/FeMn va a afectar al valor de la MR, por lo que habrá que optimizar estos espesores de forma que obtengamos buena MR sin perder un buen efecto de H_{ex} . Por este motivo, entre otros, es importante conocer la dependencia del H_{ex} con el espesor de FeMn. Los materiales AFM usados habitualmente en *spin valves* son materiales muy resistivos ($\rho_{FeMn} \sim 900 \text{ n}\Omega\cdot\text{m}$)². Incluso en configuración CIP, y a pesar de su alta resistividad, estos materiales contribuyen a la resistencia total de la muestra³ pero no juegan ningún papel en el cambio de esta resistencia al pasar del estado paralelo al antiparalelo de las imanaciones. Por tanto, cuanto mayor sea su espesor menor será la MR de la *spin valve*^{4,5}. En la Figura 3.3 podemos ver la curva de MR en configuración CIP de dos SV con exactamente la misma estructura de capas magnéticas y únicamente distinto espesor de FeMn. La muestra que tiene más espesor de FeMn (Figura 3.3(a)) muestra un 33 % más de resistencia que la muestra con menos espesor de FeMn (Figura 3.3(b)). Este aumento de

R hace que la MR se vea reducida en un 20% a pesar de que en este caso, ΔR es ligeramente superior.

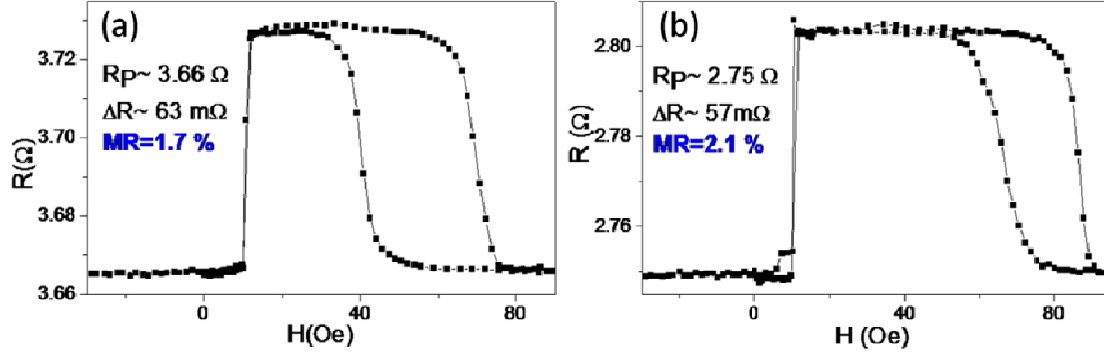


Figura 3.3: Curva de MR de dos *spin valves* de estructura Ta(3nm)/ Py(9nm)/ Cu(2.5nm)/ Py(9nm)/ FeMn (t)/ Ta (3nm), con distintos espesores de FeMn; (a) $t_{\text{FeMn}} = 30$ nm y (b) $t_{\text{FeMn}} = 15$ nm.

Puesto que se espera que a partir de un cierto espesor de AFM el H_{ex} se mantenga aproximadamente constante (ver Figura 1.6(b) y Figura 3.1(b)), es importante elegir el mínimo espesor posible de FeMn dentro de este rango para optimizar el valor de MR.

En segundo lugar, hay que tener en cuenta que el efecto de H_{ex} es muy sensible a variaciones de rugosidad, tamaño de grano y otros cambios estructurales, viéndose afectado por ejemplo por la utilización de distintas *buffer layers* ⁶. Dado que hemos optimizado el sistema Py/FeMn (es decir, con el FeMn en la parte superior), la mayor parte de la estructura de la SV va a quedar por debajo de esta bicapa responsable del H_{ex} , por lo que cualquier variación introducida en la estructura (por ejemplo, la inserción de alguna capa extra), pueden afectar al H_{ex} considerablemente.

En un principio, las SV de estructura Py/Cu/Py/FeMn fueron optimizadas para el estudio en configuración CIP correspondiente al capítulo 4 de esta tesis. En ese proceso de optimización se han obtenido valores máximos de H_{ex} de unos 100 Oe utilizando el sistema Py(9nm)/FeMn(15nm). El ciclo de histéresis de la Figura 3.4 corresponde a una de estas estructuras.

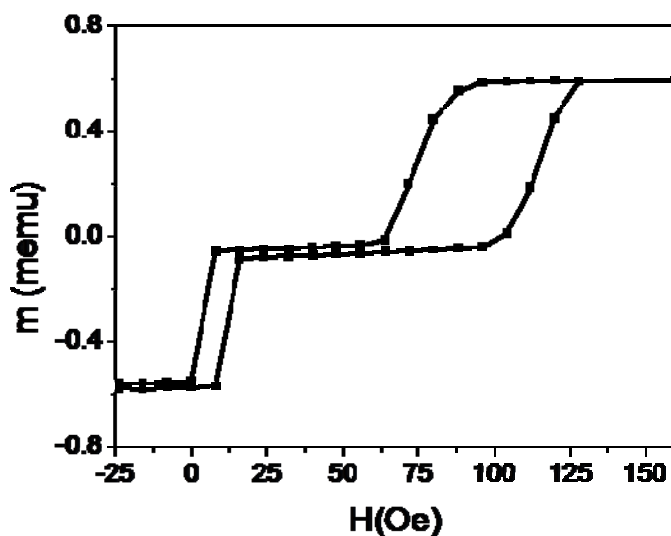


Figura 3.4: Ciclo de histéresis correspondiente a una *spin valve* optimizada de estructura Ta (2 nm) / Py (9) / Cu (2.5) / Py (9) / FeMn (15) / Ta (2).

Posteriormente se realizó la optimización del mismo tipo de SV pero para su utilización en medidas con configuración CPP. Las particularidades de esta configuración provocaron la introducción de pequeñas variaciones en las estructuras, con las que se llegaron a obtener valores de H_{ex} de unos 175 Oe con el sistema Py(5nm)/FeMn(15nm). Uno de los ciclos de histéresis de este tipo se puede ver en la Figura 3.5.

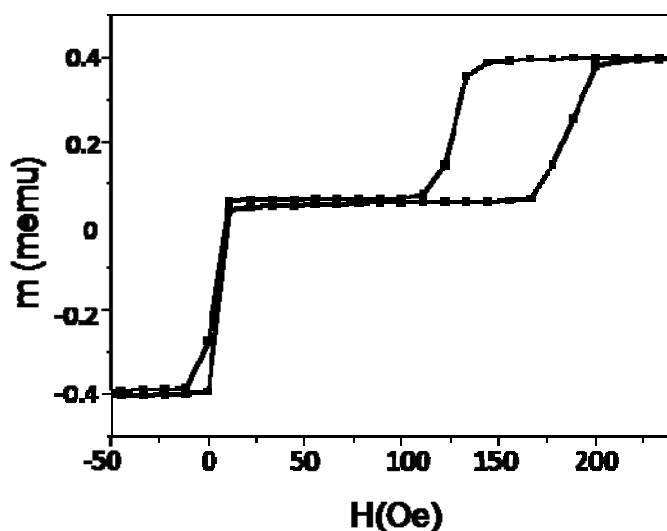


Figura 3.5: Ciclo de histéresis correspondiente a una *spin valve* de estructura Au(75nm)/ Ta(10)/ Py(9)/ Cu(4)/ Py(5)/ FeMn(15)/ Ta(2).

Discusión sobre el *Exchange bias* en el sistema Py/FeMn

Con el sistema Py/FeMn utilizado en algunas estructuras de esta tesis, se han obtenido buenas SV con *plateau* de resistencia bien definido, como se puede ver en las figuras 3.3, 3.4 y 3.5, lo que ha permitido realizar los estudios deseados, pero no ha sido un sistema con el que se hayan conseguido fácilmente valores de H_{ex} extremadamente altos en nuestro sistema de crecimiento.

Por otro lado, durante el periodo de estancia en la Universidad de York se han crecido muestras de este tipo (Py/FeMn) en el equipo de *sputtering* HiTUS de esta universidad (Ver apartado 1.1.1 de técnicas experimentales), observándose ciertas diferencias con respecto a las muestras de nuestro sistema de *sputtering*.

En primer lugar, en la Universidad de York se han depositado muestras con el FeMn en la parte inferior de la estructura (sistema FeMn/Py) que presentan el efecto de H_{ex} deseado (Figura 3.6(a)), en contra de lo observado en nuestro instituto. En estas muestras se han obtenido valores de H_{ex} superiores a 300 Oe.

Además, en las muestras se observa que la realización de un recocido por encima de la temperatura de Néel del FeMn tiene un efecto sustancial en el H_{ex} (Figura 3.6(b)), como sería esperable.

Encontramos tres posibles causas de estas diferencias observadas entre las muestras crecidas en nuestro instituto y las de la Universidad de York.

- En primer lugar, las distintas condiciones de crecimiento y el sistema *sputtering* utilizado. Debido a las características de los equipos, especialmente a la variación de la distancia blanco-sustrato, la velocidad de deposición es completamente distinta en los dos sistemas de *sputtering* (mucho más rápida en el *sputtering* de nuestro instituto incluso utilizando la mínima potencia), lo que afecta directamente al efecto de H_{ex} .
- Por otro lado, medidas realizadas en la fase final de la tesis en muestras de Py crecidas en nuestro instituto muestran un valor de $M_S(Py)$ significativamente más pequeño que el teórico en Py. Esto puede ser debido a pequeñas impurezas estequiométricas en este blanco derivadas de su fabricación en nuestro instituto, frente a los blancos comerciales utilizados en York. Esto podría haber afectado

también al bajo valor de H_{ex} obtenido, puesto que depende de la M_S del material ferromagnético ⁷.

- Por último, en la Universidad de York tenían experiencia en la utilización de Ru como *seed layer*. Este se utilizó en la muestras de la Universidad de York y afecta positivamente al efecto de H_{ex} , pero difícilmente es la causa por sí solo de las grandes diferencias observadas.

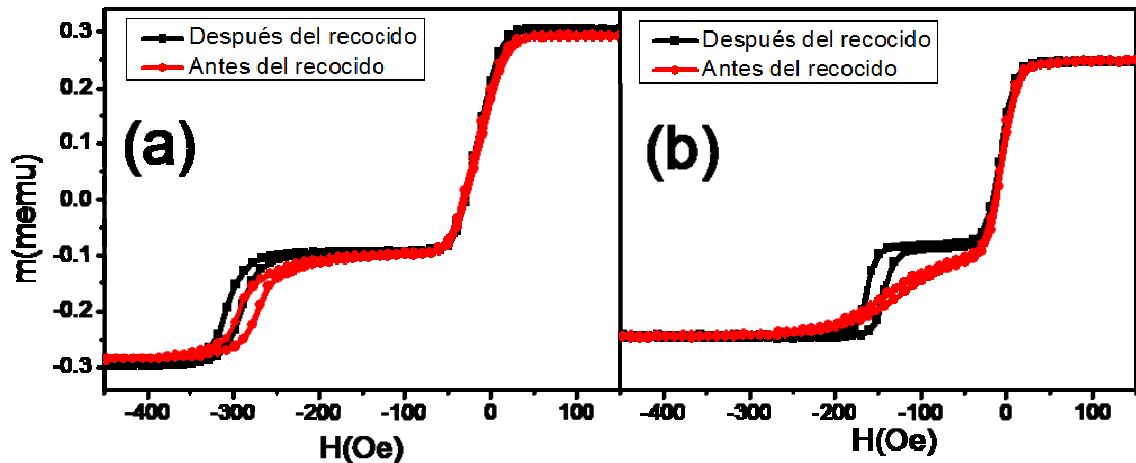


Figura 3.6: Ciclo de histéresis de AGFM de una (a) *bottom spin valve* de estructura Ta(5 nm)/ Ru(5)/ FeMn(10)/ Py(5)/ Cu(2.4)/ Py(10)/Ta(5) y (b) *top spin valve* de estructura Ta(5)/ Ru(5)/ Py(10)/ Cu(2.4)/ Py(5)/ FeMn(10)/ Ta(5). Ciclos medidos antes de realizar recocido (círculos rojos) y después de recocido (cuadrados negros).

A lo largo de la tesis se han encontrado otros sistemas que han funcionado mejor en nuestro sistema de crecimiento, como el IrMn/CoFe. Las particularidades de este sistema se presentan en una sección posterior de este capítulo.

II. Otros aspectos críticos del crecimiento de *spin valves* de estructura Py/Cu/Py/FeMn

Sin lugar a dudas la etapa más sensible y costosa de la optimización del crecimiento de *spin valves* en nuestro sistema de *sputtering* resultó ser la dedicada a la parte de la estructura que produce el efecto de H_{ex} . Una vez esto fue optimizado, la limpieza y

cuidado empleada en la intercara en la que se produce el fenómeno se incorporó al resto de intercaras críticas de la estructura *spin valve*, como son las dos intercaras del espaciador no magnético, y especialmente las de la capa delgada de Gd, puesto que este material se oxida muy fácilmente.

Posteriormente se optimizaron los espesores del resto de capas del dispositivo. En este punto hay que destacar que hay ciertas diferencias o particularidades dependiendo de si se está optimizando el crecimiento de una SV que va a ser medida con configuración CIP o si por el contrario se va a realizar un estudio en configuración CPP.

En *spin valves* para medidas con configuración CIP

Como se explica en la introducción, el espesor del espaciador no magnético es importante, puesto que si es demasiado delgado las capas magnéticas pueden acoplarse por canje lo que dificultaría el estado antiparalelo de las imanaciones; mientras que si es demasiado grueso disminuye el transporte de información de espín entre las capas magnéticas lo que reduce notablemente la MR de la estructura. El espesor de Cu que optimiza la MR en nuestro sistema está entre 2 y 2.5 nm para configuración CIP. Una buena repetitividad en el crecimiento de espesores tan bajos, requiere de velocidades de deposición tan lentas como sea posible. El Cu es el material que más rápido crece de los utilizados para estas estructuras. Por ello, se ha utilizado la potencia de crecimiento mínima (20 watts), lo que maximiza el tiempo de crecimiento dentro de las posibilidades de nuestro sistema.

Las propiedades estructurales de la capa de espaciador de Cu también afectan al buen funcionamiento de la SV; por ejemplo, si sus intercaras tienen mucha rugosidad las capas magnéticas se pueden acoplar magnetostáticamente a través del llamado *orange peel coupling* (que se explicará detalladamente en el capítulo 4) lo que dificulta el estado antiparalelo de las imanaciones. Puesto que el espesor del espaciador no magnético no puede ser demasiado grande en SV para configuración CIP, estas pueden ser especialmente sensibles a este problema.

Cómo estas estructuras se optimizaron de cara al estudio del capítulo 4, para la capa libre se utilizó un espesor suficientemente grande que nos permitiera insertar una capa

de Gd en diferentes posiciones dentro de la capa libre. El valor elegido fue 9nm, coincidiendo con el espesor de Py de la capa ligada en ese estudio.

En la optimización de la MR en SV con esta estructura con configuración CIP, se obtuvo un valor máximo de 2.4 % a RT. En la Figura 3.7 podemos ver el ciclo de MR correspondiente a una de estas muestras de máxima MR.

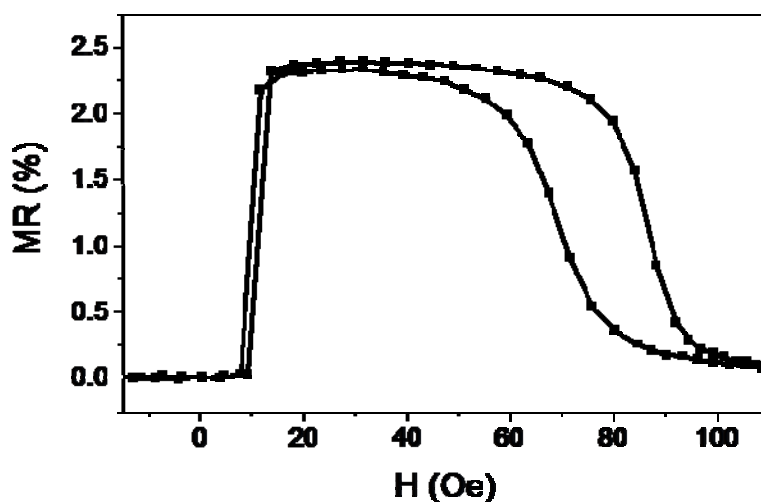


Figura 3.7: Curva de MR correspondiente a una SV de estructura SiO₂// Ta(2nm)/Py(9nm)/Cu(2.5nm)/Py(9nm)/FeMn(15nm)/Ta(2nm).

En spin valves para medidas con configuración CPP

Las estructuras SV que van a ser utilizadas en estudios con configuración CPP tienen ciertas particularidades con respecto a las que van a ser medidas con configuración CIP.

En primer lugar, en la parte inferior de estas estructuras es necesario depositar una capa de material buen conductor (normalmente Au o Cu) de bastante espesor, que va a constituir el contacto inferior al final del dispositivo. Cómo ya se ha dicho, esta capa inferior puede variar las propiedades estructurales de la SV afectando al fenómeno de H_{ex} y/o al acoplo magnetostático entre capas magnéticas.

Por otro lado, puesto que en la configuración CPP la longitud crítica es la longitud de difusión de espín (ver apartado 1.1.2 de la introducción), es posible utilizar un espaciador no magnético de más espesor que en el caso de configuración CIP sin que el

valor de MR disminuya considerablemente, lo que es útil para evitar el acoplo magnetostático de las capas magnéticas.

En la Figura 3.8 se muestran los ciclos de histéresis de algunas de las muestras que se depositaron durante la optimización del crecimiento de una estructura magnética tipo Py/Cu/Py/FeMn, de cara a su estudio con configuración CPP. En la parte derecha de la figura se explica cual es la variación introducida en la estructura con respecto a la muestra del ciclo anterior. En la figura se puede observar por tanto el efecto que diferentes modificaciones pueden tener en el comportamiento magnético de una SV. La curva de la Figura 3.8(a) pertenece a una muestra que tiene exactamente la misma estructura (y está depositada en las mismas condiciones) que la de la Figura 3.4, salvo porque en la parte inferior tiene una capa de Cu de 75 nm depositada con una potencia de 20 watts que pretende servir de contacto inferior al final del procesado del dispositivo. Como se ve las dos capas magnéticas están fuertemente acopladas y su imanación se invierte prácticamente como una sola. El hecho de que esta inversión de imanación (que incluye la capa libre) se produzca cerca de 70 Oe indica que más que un problema de bajo H_{ex} lo que ocurre es que las capas están acopladas magnetostáticamente a través del espaciador no magnético. La Figura 3.8(b) tiene exactamente la misma estructura que la 3.8(a) pero la capa inferior de Cu se ha depositado con una potencia de 100 watts, lo que afecta a las propiedades estructurales. Las capas magnéticas están menos acopladas en este caso. Para la muestra de la Figura 3.8(c) se ha probado a aumentar el espesor de la capa de Ta entre el contacto inferior de Cu y la primera capa magnética. Parece que la capa de Ta suaviza los efectos estructurales introducidos por la capa inferior de Cu y las capas magnéticas están prácticamente desacopladas. Manteniendo todas las condiciones iguales, se creció una muestra reduciendo el espesor de la capa ligada, ya que como se ha visto en la introducción el H_{ex} es inversamente proporcional a este espesor (Figura 1.6(a)). Como se aprecia en la Figura 3.8(d) el H_{ex} aumenta considerablemente con esta modificación, obteniéndose valores superiores a los 100 Oe. Finalmente, la Figura 3.8(e) muestra el ciclo de histéresis de una muestra con una estructura prácticamente igual, salvo porque para el contacto inferior se ha utilizado Au en vez de Cu, y se ha aumentado el espesor del espaciador no magnético a 4 nm. Con esta estructura se obtiene un $H_{ex} \sim 160$ Oe.

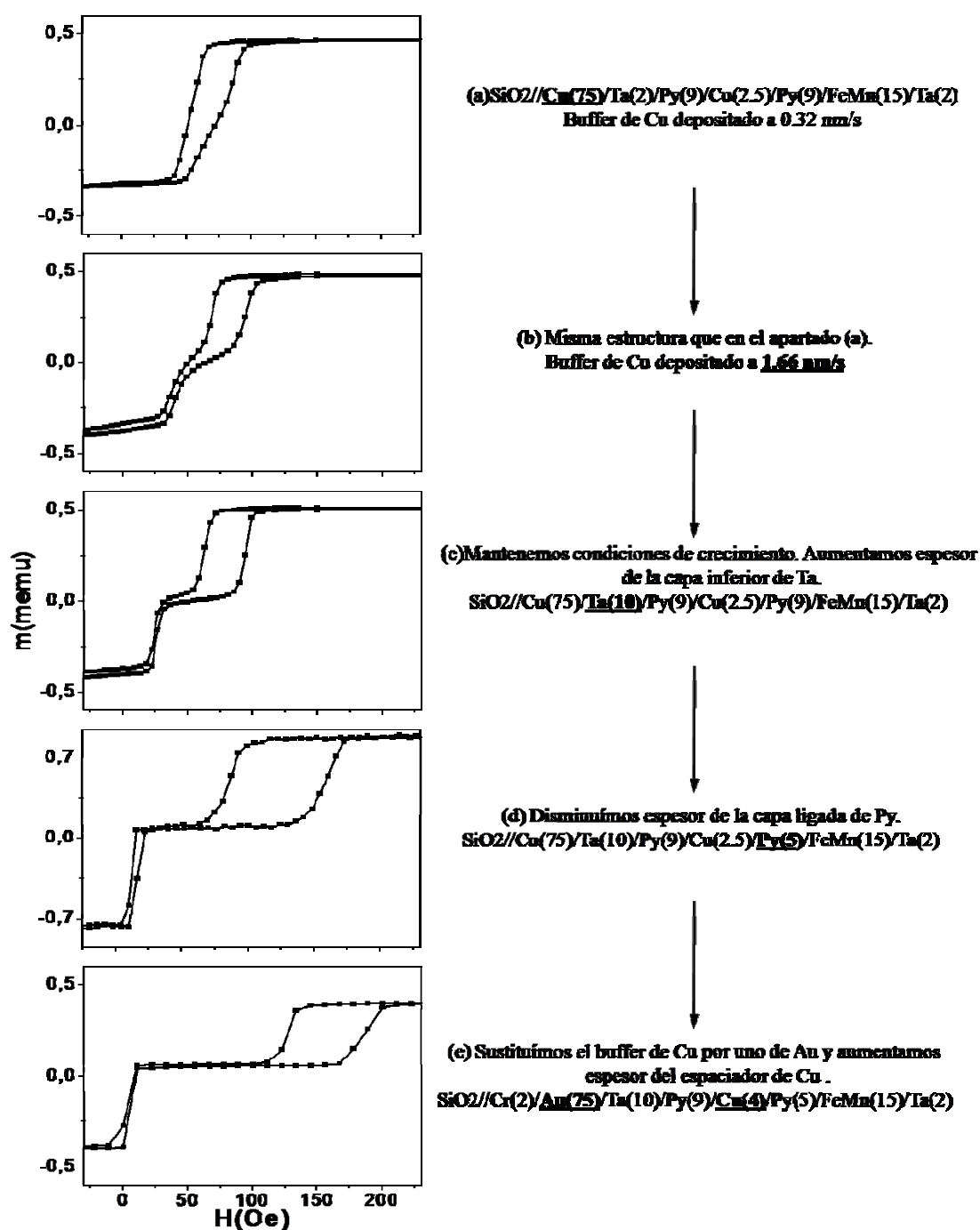


Figura 3.8: Ciclos de histéresis correspondientes a varias muestras realizadas durante el proceso de optimización del crecimiento de SV tipo Py/Cu/Py/FeMn de cara a su posterior estudio con geometría CPP. Los ciclos han sido medidos en *film*. En la parte derecha se especifica la variación realizada en la estructura de cada muestra con respecto a la muestra correspondiente al ciclo anterior. Los números representan espesor en nanómetros. Ver texto para análisis de los ciclos.

Dado que esta sección está dedicada a la optimización del crecimiento de estructuras, solo se han presentado curvas de MR y ciclos de histéresis correspondientes a muestras en *film* (en que no se ha realizado ningún procesado de fabricación), que dan información directa del proceso de crecimiento. Las medidas de MR con configuración CPP además de por el crecimiento, están afectadas por los procesos de fabricación así como por el reducido tamaño de los dispositivos. Estas medidas de MR realizadas en SV con configuración CPP se pueden encontrar en el capítulo 6 de esta tesis.

3.2.2. *Spin valves* basadas en el sistema IrMn/CoFe

I. *Exchange bias* en el sistema IrMn / CoFe

El IrMn tiene la ventaja de presentar una constante de anisotropía un orden de magnitud más grande que el FeMn ($K_{\text{IrMn}}^{295\text{K}} = 1.8 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ y $K_{\text{FeMn}}^{295\text{K}} = 1.35 \times 10^5 \text{ erg/cc}$)^{8,9} lo que provoca un mayor desplazamiento del ciclo de histéresis (H_{ex} más grande). Además, tiene alta resistencia a la corrosión y mayor estabilidad térmica, lo que lo hace interesante para aplicaciones tecnológicas¹⁰. Por otro lado, el IrMn es más caro que el FeMn, e inicialmente presenta el problema de una T_N muy alta (690 K), de forma que hacer recocidos a temperatura superior a ella provoca difusión entre las capas de la multicapa. Sin embargo, en primer lugar no es necesario activar térmicamente el IrMn para orientarlo y tener buen H_{ex} , como se verá en esta tesis en que la mayoría de las muestras han sido medidas '*as grown*' y presentan buenos valores de H_{ex} . Además, se ha observado que mediante enfriamiento con campo desde temperaturas del orden de 475K es posible orientar el IrMn mediante la activación térmica de la orientación de la red antiferromagnética en cada grano¹. Otra ventaja del sistema IrMn/CoFe es que no hay difusión entre estos dos materiales¹¹.

Una vez más, se ha observado gran diferencia en términos de H_{ex} entre el sistema CoFe/IrMn y el sistema IrMn/ CoFe (es decir, en el orden de depósito de los materiales). En la Figura 3.9 se muestra el ciclo de histéresis de dos bicapas de estos materiales cuyos espesores y condiciones de crecimiento son iguales. En una de ellas el IrMn se ha depositado en la parte inferior de la bicapa (ciclo rojo) y en la otra es el CoFe el que se ha depositado en la parte inferior (ciclo negro).

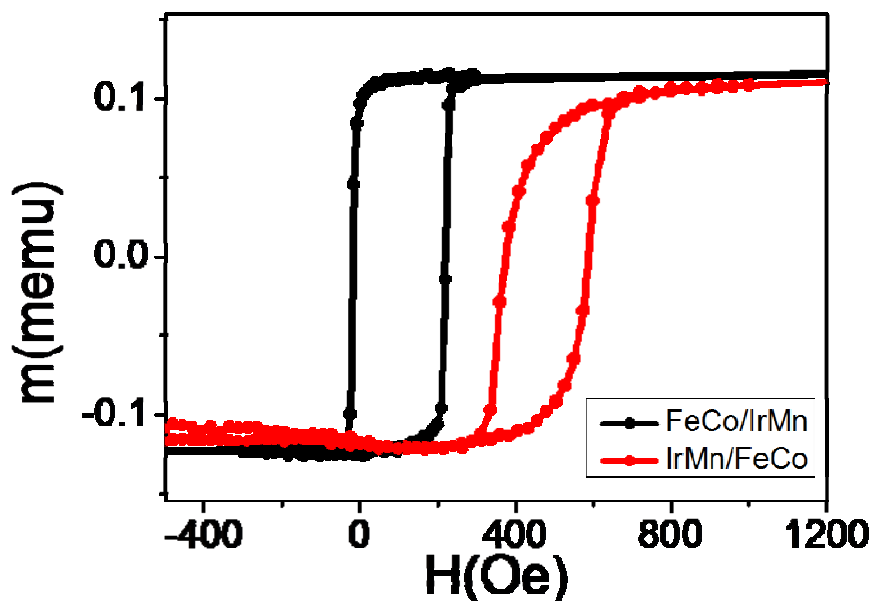


Figura 3.9: Ciclo de histéresis correspondientes a dos muestras de estructuras Ta(3nm)/CoFe(5nm)/ IrMn(15nm)/ Ta(1nm) (símbolos negros) y Ta(3nm)/ IrMn(15nm)/CoFe(5nm)/ Ta(1nm) (símbolos rojos).

En este sistema, observamos un aumento considerable del H_{ex} en la muestra en que el IrMn está en la parte inferior de la estructura ($H_{\text{ex}} \sim 475$ Oe) con respecto a la muestra en que está en la parte superior ($H_{\text{ex}} \sim 100$ Oe). El valor obtenido de 475 Oe es 3 o 4 veces más grande que el mayor valor obtenido en todas las muestras de Py/FeMn. Estos ciclos han sido medidos en muestras crecidas en nuestro instituto. No se ha realizado sobre ellas ningún proceso de recocido.

En experimentos realizados en la Universidad de York, hemos observado que un proceso de recocido a 490 K es capaz de activar térmicamente una gran cantidad de granos del IrMn, dando lugar mediante el posterior enfriamiento con campo magnético aplicado a un aumento muy significativo en el H_{ex} , en muestras en que el valor inicial del H_{ex} era bajo. El tiempo de recocido, es también un parámetro importante (además de la temperatura). El recocido a 490 K lo realizamos durante 120 minutos. El efecto de este recocido se puede observar en la evolución del ciclo de histéresis mostrada en la Figura 3.10.

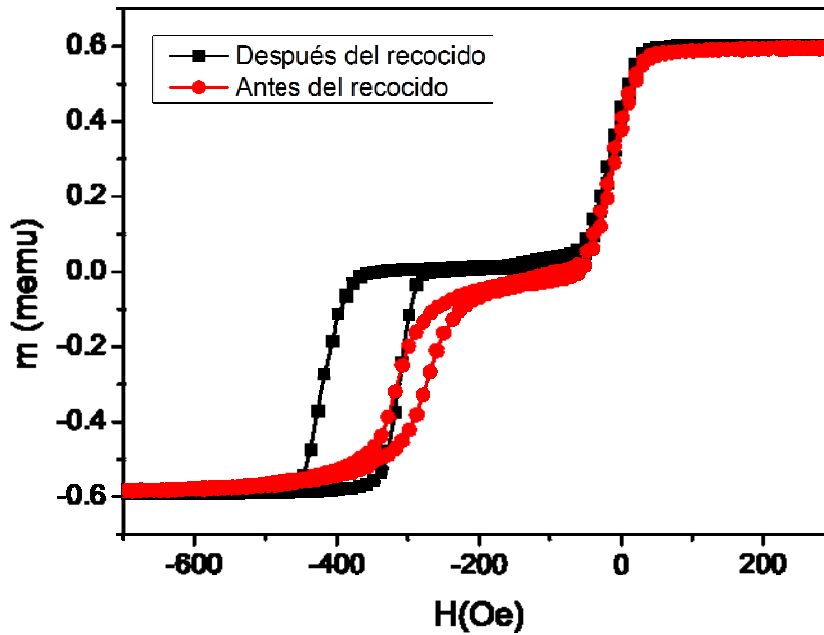


Figura 3.10: Ciclos de histéresis antes del recocido (círculos rojos) y después de este (cuadrados negros), de una muestra de estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.4nm)/ NiFe(10nm)/ Ta(5nm) depositada en el *sputtering* de la Universidad de York.

II. Magnetorresistencia en SV de estructura IrMn/ CoFe/ Cu/ Py

En la estancia en la Universidad de York se crecieron varias SV con esta estructura para estudiar diferentes propiedades como la dependencia de la MR con la velocidad de crecimiento, la temperatura o el espesor del espaciador de Cu. Como podemos ver en la Figura 3.11 el recocido también afecta a la MR, lo que probablemente se debe simplemente al aumento de H_{ex} , que provoca que se consiga el estado totalmente antiparalelo de las imanaciones y la máxima MR.

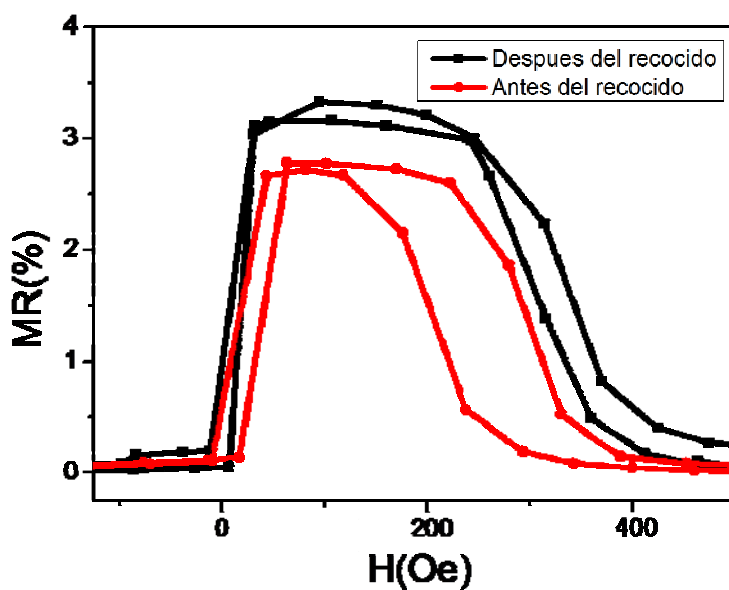


Figura 3.11: Curva de MR de una muestra de estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.4nm)/ NiFe(10nm)/ Ta(5nm) antes de realizar en ella el proceso de recocido (curva rojo) y después de este (curva negra).

Las siguientes curvas (Figura 3.12) muestran la dependencia tanto de la MR como de la R con la temperatura, en una de las muestras del estudio.

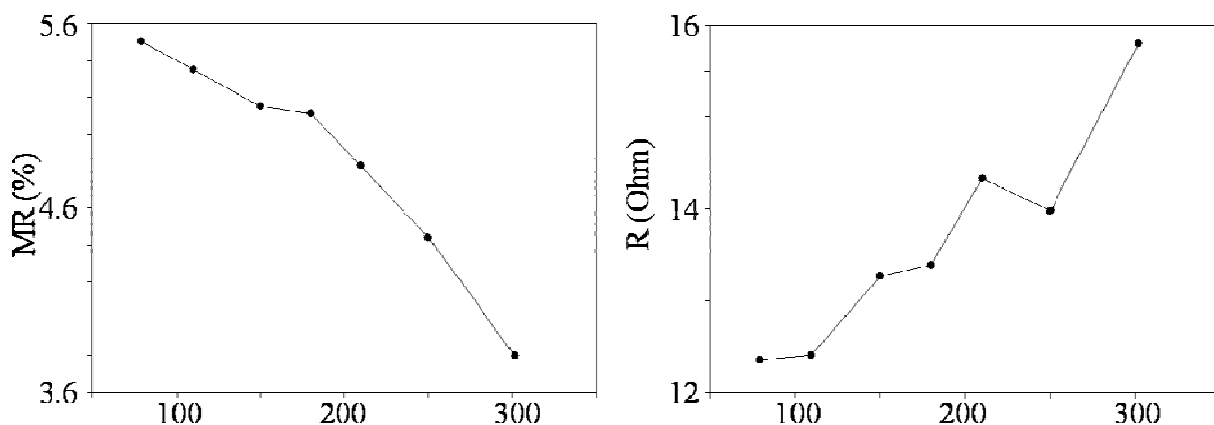


Figura 3.12: Dependencia de (a) la MR y (b) la R de una muestra de estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(3nm)/ NiFe(10nm)/ Ta (5nm). Los valores se han obtenido midiendo un ciclo de MR a cada T una vez esta era estable.

Por último, se han crecido dos series de SV variando el espesor de Cu. Las dos series tienen SV con las mismas estructuras, pero en una de las series la velocidad de crecimiento es el doble que la otra. Se ha medido la curva de MR de todas estas SV tanto a RT como a 77 K. Las siguientes gráficas (Figura 3.13) representan la dependencia de la MR con el espesor de Cu para estas dos series, para una de las cuales se ha utilizado una tensión de crecimiento de 500 V y para la otra 1000 V (de manera que la velocidad de crecimiento de todos los materiales es el doble en esta segunda serie).

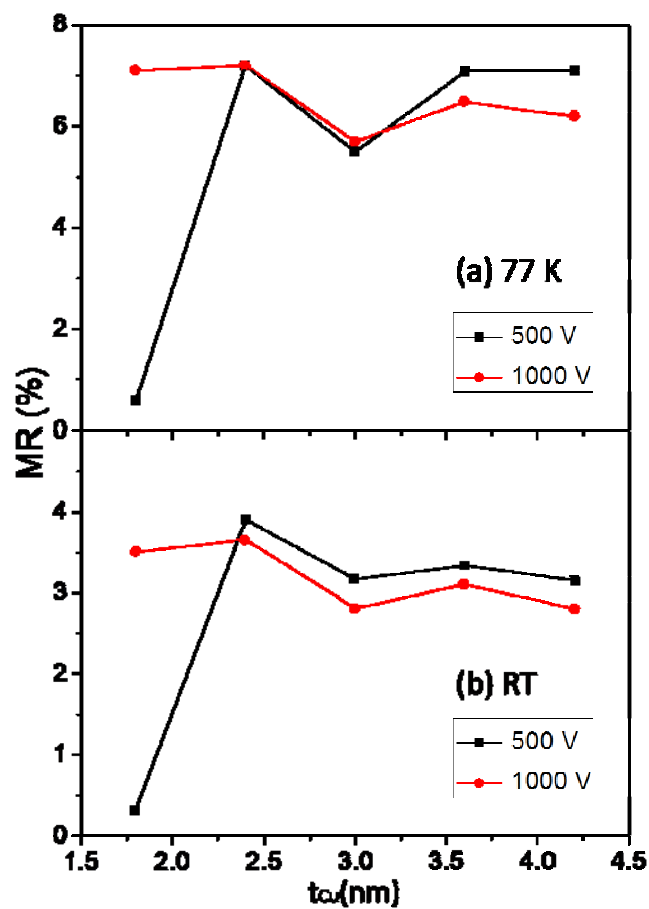


Figura 3.13: Dependencia de la MR con el espesor de la capa espaciadora de Cu, (a) a 77 K y (b) a RT, en dos series de muestras con la misma estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(t)/ NiFe(10nm)/ Ta (5nm), donde para una de las series se ha utilizado una potencia de crecimiento de 500 V (cuadrados negros) y para la otra 1000 V (círculos rojos).

En primer lugar hay que decir que en general ambas series muestran valores similares de MR. A partir de un espesor de 2.4 nm la MR disminuye lentamente según aumentamos el espesor de Cu. Lo que más llama la atención es la gran diferencia que se observa entre las muestras con menor espesor de Cu (1.8 nm). En la muestra crecida con velocidades de crecimiento más altas (círculos rojos), esta muestra presenta la mejor MR de toda la serie. Sin embargo, en la muestra con 1.8 nm de Cu crecida a 500 V la MR es prácticamente cero. Los ciclos de histéresis de estas muestras se presentan en la Figura 3.14. En el ciclo correspondiente a la muestra crecida a más baja velocidad de crecimiento (Figura 3.14(b)) se puede ver que las capas magnéticas están fuertemente acopladas y no se consigue el estado antiparalelo de las imanaciones. Se puede apreciar que la imanación de la capa libre se invierte pasados los -120 Oe, lo que indica que no es un problema derivado de tener bajo H_{ex} , sino que hay un fuerte acoplo magnetostático entre las capas magnéticas de modo que cuando se invierte la imanación de la capa ligada arrastra con ella la imanación de la capa libre. Teniendo en cuenta que ambas SV tienen el mismo espesor de Cu, se puede suponer que la diferente velocidad de crecimiento esté aumentando la rugosidad en la estructura, que al trasladarse a las intercaras del espaciador de Cu se traduce en acoplo magnetostático entre las capas magnéticas (*orange peel coupling*).

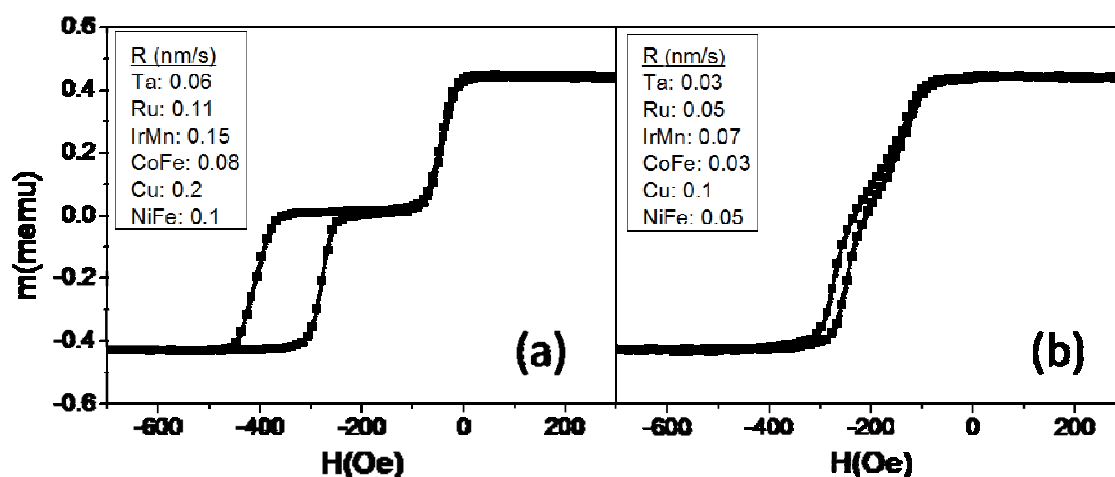


Figura 3.14: Ciclos de histéresis de AGFM de dos SV de estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(1.8 nm)/ NiFe(10nm)/ Ta(5nm) depositadas a distintas velocidades de crecimiento. Después del crecimiento se ha hecho sobre ellas un proceso de recocido a 490 K. El cuadro interior muestra la velocidad de crecimiento de cada material en cada caso.

III. Magnetorresistencia en SV de estructura IrMn/ CoFe/ Cu/ CoFe

Se hicieron pruebas con esta estructura en relación al capítulo de dobles *spin valves* (DSV). La MR obtenida en esta muestra (6 % a RT) es probablemente la máxima observada en toda la tesis, indicando las buenas propiedades del CoFe en cuanto a transporte de espín. Sin embargo, normalmente se quiere que la capa libre en dispositivos SV sea lo más blanda posible y el CoFe da lugar a campos coercitivos muy grandes. Por esta razón estas estructuras no se han utilizado a pesar del alto valor de MR que presentan.

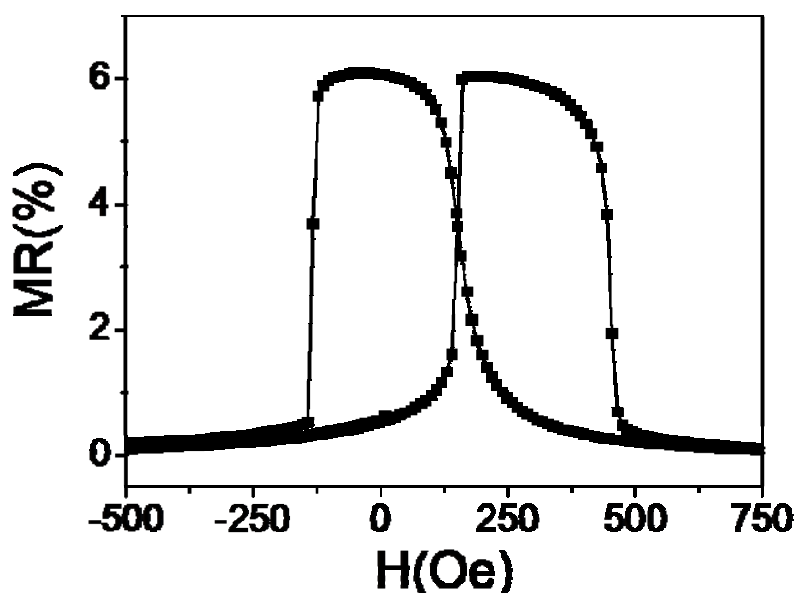


Figura 3.15: Curva de MR a RT de una SV de estructura Ta(3nm)/ IrMn(15nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.2nm)/ CoFe(9nm)/ Ta(2nm)

IV. Magnetorresistencia en DSV de estructura IrMn/ CoFe/ Cu/ Fe/ Cu/ CoFe

Este tipo de estructuras se crecieron para el estudio del capítulo 5. En primer lugar se depositó una SV normal con capa libre de Fe. La Figura 3.16 muestra la curva de MR de esta muestra, que presenta un valor de MR muy bajo. La SV tiene una estructura muy parecida a la de la Fig. 3.15 con la única diferencia de que la capa libre es Fe (6 nm) en lugar de CoFe (9 nm). Como se puede ver, al cambiar la capa libre el valor de MR disminuye de 3% (con capa libre de CoFe) a 0.22 % (con capa libre de Fe).

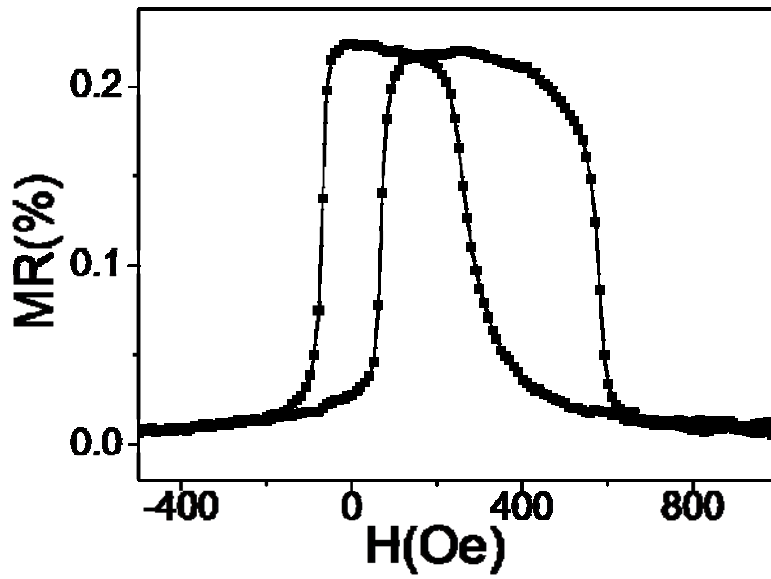


Figura 3.16: Curva de MR a RT de una SV de estructura Ta(3nm)/ IrMn(15nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.2nm)/ Fe(6nm)/ Ta(2nm).

El siguiente paso fue la DSV, cuya curva de MR se puede ver en la Fig. 3.17.

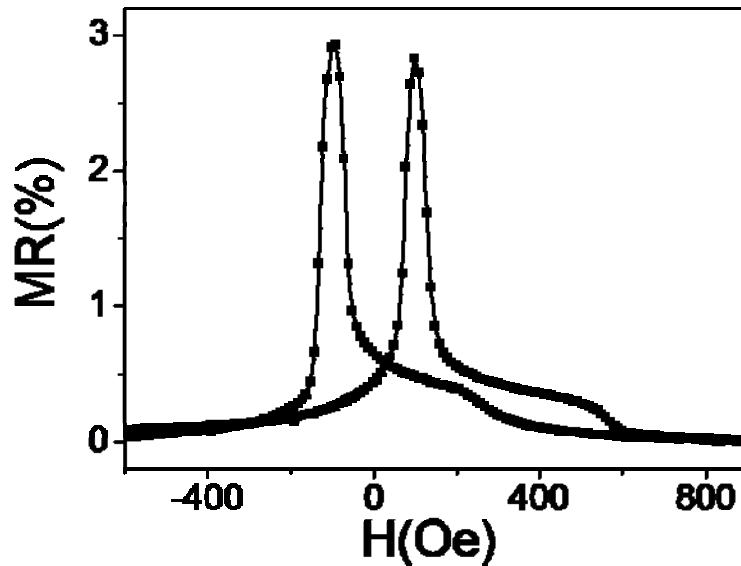


Figura 3.17: Curva de MR a RT de una DSV de estructura Ta(3nm)/ IrMn(15nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.2nm)/ Fe(6nm)/ Cu(2.2nm)/CoFe(5nm)/Ta(2nm)

Desde campos negativos en la dirección del campo $-H_{\max} \rightarrow +H_{\max}$, observamos en primer lugar un cambio máximo de resistencia (3 % de MR a 100 Oe), asociado a la inversión de la imanación de la capa central de Fe, que queda orientada de forma antiparalela tanto a la capa ligada como a la capa libre de CoFe. Después se invierte la imanación de la capa libre de CoFe que se orienta paralela a la imanación de la capa de Fe, de manera que ambas quedan orientadas antiparalelas a la capa ligada. Esta situación de las imanaciones (la que se da por ejemplo a 400 Oe) es aproximadamente equivalente a una SV simple CoFe/Cu/Fe como la correspondiente a la Figura 3.16, por lo que resulta coherente que en ambos casos la MR observada sea tan parecida (~0.3 % a 400 Oe).

A partir de aquí se empezó a introducir Gd en la capa de Fe de las estructuras de DSV de cara al estudio del capítulo 5. Esta variación afecta al campo coercitivo de esta capa y provocaba que su imanación y la de la capa libre de CoFe se invirtieran casi simultáneamente. Así, todavía hubo que realizar pequeñas modificaciones en el espesor de la capa libre de cara al estudio del capítulo 5.

3.3. Caracterización de estructuras

En esta sección 3.3 se presenta la caracterización de diferentes sistemas magnéticos multicapa, de la que se ha obtenido información de materiales y estructuras utilizados en los distintos dispositivos de la tesis.

3.3.1. Cálculo de la constante de anisotropía (K_{AFM}) del IrMn mediante la caracterización magnética de una *spin valve*

En esta sección se presenta la caracterización magnética detallada de *spin valves* de estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.4nm)/ NiFe(10nm)/ Ta(5nm), lo que nos permite estudiar algunas propiedades interesantes del IrMn. En este trabajo, que se ha realizado en el contexto de una estancia doctoral en la Universidad de York, se aplica a nuestras *spin valves* el procedimiento experimental utilizado previamente en esta universidad para caracterizar bicapas AFM/FM con acoplo de canje (H_{ex}), que se puede encontrar en Ref. [1] y Ref. [12].

Los materiales policristalinos antiferromagnéticos (AFM) depositados por *sputtering* están estructuralmente constituidos por un conjunto de granos de distinto tamaño, típicamente del orden de unos 10 nm en diámetro. Se puede asumir que cada grano contiene un único dominio antiferromagnético, sujeto a un estado magnético térmicamente estable por una barrera de energía $\Delta E = K_{AFM} \cdot V$ ¹³, donde V es el volumen y K_{AFM} la anisotropía.

El hecho de que esta barrera dependa del volumen de grano^{13,14} implica que hay un volumen crítico por debajo del cual se observa activación térmica en el grano. Este volumen crítico depende de la temperatura, el tiempo de medida y la anisotropía. El tiempo de relajación viene dado por la ley de Néel-Arrhenius:

$$\tau^{-1} = f_0 \exp \left[- \frac{K_{AFM} V (1 - H^*/H_K^*)^2}{K_B T} \right] \quad [1]$$

donde f_0 se toma 10^9 s^{-1} , V es el volumen del grano, T la temperatura, K_B es la constante de Boltzmann, K_{AFM} la constante de anisotropía, H^* el campo de canje de la capa ferromagnética (FM) que minimiza la barrera de energía de los granos AFM facilitando transiciones activadas térmicamente. H_K^* es un pseudo-campo de anisotropía similar al campo de anisotropía de los ferromagnéticos (H_K). La barrera de energía se toma $K_{AFM} V$, como caso límite, puesto que H^* y H_K^* no son conocidos y en la mayoría de sistemas FM/AFM usados en aplicaciones H^*/H_K^* es pequeño¹.

Para estudiar propiedades magnéticas a partir del estudio del fenómeno de *Exchange bias*, como por ejemplo el valor de K_{AFM} de películas policristalinas AFM, la metodología experimental es muy importante. La activación térmica puede afectar a la repetitividad por lo que es necesario trabajar en condiciones libres de activación térmica si se quiere saber la fracción de granos estables del AFM. En este experimento se han seguido los pasos del protocolo de York detallados en Ref [1] algunos de los cuales se explican aquí solo brevemente.

Cálculo de la temperatura de bloqueo del IrMn

Se ha realizado el experimento en dos muestras con la misma estructura que han sido depositadas bajo distintas condiciones (potencia, etc...), de forma que la velocidad de crecimiento en una de ellas (Muestra 2) es el doble que en la otra (Muestra 1).

Muestra 1

En nuestro experimento usaremos la estructura Ta(5nm)/ Ru(5nm)/ IrMn(10nm)/ CoFe(5nm)/ Cu(2.4nm)/ NiFe(10nm)/ Ta(5nm). La muestra se depositó en el *sputtering* HiTUS de la Universidad de York, con unas condiciones que dan lugar a velocidades de crecimiento de 0.03, 0.05, 0.08, 0.04, 0.1 y 0.05 nm/s para el Ta, Ru, IrMn, CoFe, Cu y NiFe respectivamente.

Antes de empezar el experimento debemos determinar una temperatura y un tiempo de recocido con los que podemos ‘resetear’ el estado magnético de la muestra, haciendo así los resultados reproducibles e independientes de la historia magnética previa. Esta temperatura, que llamaremos T_{SET} , deberá ser inferior a la temperatura a la que empieza a producirse interdifusión entre las capas, lo que se manifiesta con efectos adversos en el H_{ex} . Para encontrar T_{SET} , lo que se ha hecho es subir la temperatura a una T_i (en nuestro caso $T_1=80^\circ\text{C}$) con campo aplicado de saturación ($H=3\text{ KOe}$), y mantenerlo 30 minutos. Estamos activando térmicamente una fracción del número total de granos del AFM. Una vez hecho esto, se baja la temperatura a la T de medida (en nuestro caso $T_{EXP}=20^\circ\text{C}$) con campo aplicado y estos granos quedan orientados. Se mide el ciclo de histéresis. Este proceso se repite para distintas T_i ($T_2=100^\circ\text{C}$, $T_3=150^\circ\text{C}$, $T_4=200^\circ\text{C}$, etc...) de manera que cada vez se van orientando más granos del AFM, por lo que se observa un aumento del H_{ex} , hasta una determinada T_{i+1} , en que se debería obtener el mismo H_{ex} que para T_i . Las medidas de este experimento se muestran en la Figura 3.18.

Como se puede ver H_{ex} aumenta con la T hasta llegar a 200°C , pero en el último ciclo a 250°C se observa una disminución del H_{ex} . Esto solo puede ser debido a un cambio estructural en la muestra, como puede ser el provocado por la posible difusión entre las capas a esta temperatura. Entre 150°C y 200°C se observa una pequeña variación en el H_{ex} que indica que a 150°C todavía no hemos conseguido la preparación óptima de los granos del AFM con el recocido de 30 minutos. El tiempo de recocido (t_{SET}) juega un papel muy importante en la orientación de los granos del AFM (para un rango de

tiempos bajos es más importante incluso que la temperatura). Decidimos que un recocido de 90 minutos a $T_{\text{SET}} = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ es suficiente para ‘resetear’ esta muestra. Se ha elegido 90 minutos porque la dependencia del H_{ex} con el tiempo de recocido es lineal con $\ln(t_{\text{SET}})$ y para más de 90 minutos el cambio del H_{ex} con t_{SET} es menor al 1%.

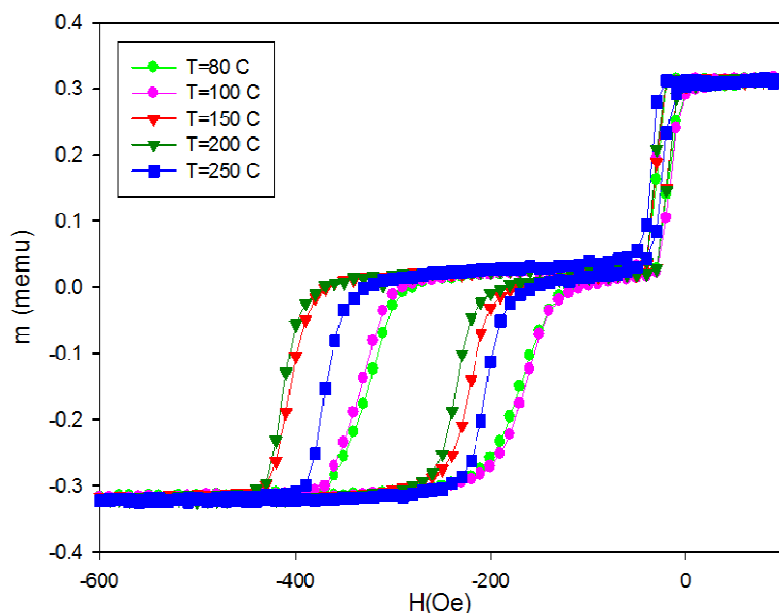


Figura 3.18: Ciclos de histéresis a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ de la muestra estudiada, sobre la que se han realizado recocidos con campo aplicado a distintas T_i que se indican en el cuadro interior. Ver texto para información detallada de este proceso de recocido.

Como se ha dicho es necesario realizar el experimento a una temperatura en que la muestra sea térmicamente estable, por lo que el siguiente paso es ver si la muestra es térmicamente estable a RT, y si no es así buscar la temperatura correcta para el estudio. Para confirmar esto, realizamos la preparación de la muestra calentando a T_{SET} durante 90 minutos, y enfriamos hasta RT con campo positivo de saturación aplicado. Una vez a RT, invertimos el campo de saturación (aplicamos campo de saturación negativo) y esperamos en esa situación 1 minuto. Si no hay activación térmica no cambiará nada el estado de la muestra pero si la hay la imanación de algún grano invertirá su orientación. Medimos un ciclo de histéresis de la muestra en esta situación. Una vez hecho esto, repetimos el mismo proceso, pero esta vez cuando invertimos el campo de saturación a valores negativos esperamos 30 minutos. Si no hay activación térmica no cambiará el

estado magnético de la muestra, pero si hay activación varios granos invertirán la orientación de su imanación. Medimos en esta situación el ciclo de histéresis. Si estos ciclos de histéresis son iguales significa que la muestra está libre de activación térmica a RT. Comprobamos que así es, como se puede ver en estos dos ciclos que muestran en la Figura 3.19.

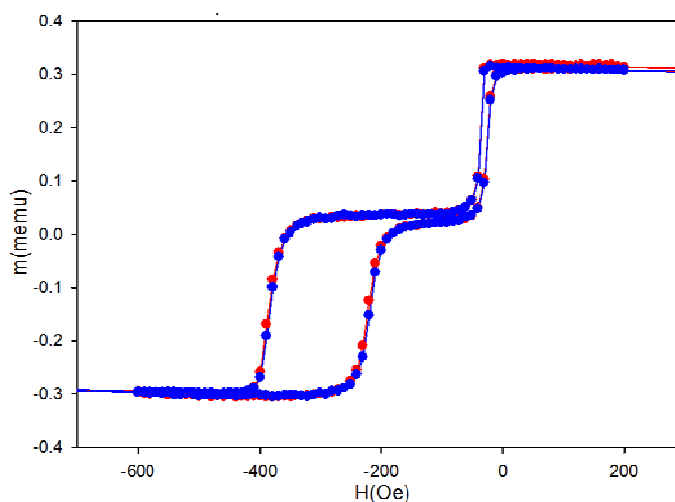


Figura 3.19: Ciclos de histéresis de la muestra estudiada realizados a RT, después de haber aplicado campo de saturación negativo (opuesto a la dirección del campo de saturación durante el recocido) durante un tiempo de 1 minuto (símbolos rojos) y 30 minutos (símbolos azules), respectivamente. Comprobación de que en esta muestra no hay activación térmica a RT.

Una vez sabemos que la muestra es térmicamente estable a RT y hemos obtenido T_{SET} , podemos proceder a realizar el experimento obteniendo resultados reproducibles. Preparamos la muestra calentando a T_{SET} durante 90 min con campo de saturación positivo aplicado y enfriamos con campo hasta RT (a la que no hay activación térmica). En esta situación todos los granos están orientados en dirección positiva y térmicamente estables. Ahora vamos a empezar a invertir la orientación de una fracción de estos granos, para lo cual aplicamos campo saturando el FM en sentido negativo (opuesto a la dirección inicial), y calentamos a una temperatura de activación (que llamaremos T_{act}) durante 30 minutos, antes de volver a bajar la temperatura a RT, a la que vamos a medir el ciclo de histéresis. De esta manera una cierta fracción de granos del IrMn se ha activado térmicamente en presencia de un campo de canje (creado por el FM) de

dirección opuesta a la orientación inicial. La fracción de granos que invierten su orientación dependerá de la temperatura, el campo de canje provocado por el FM, y el tamaño de grano del IrMn. Un esquema de la barrera de energía de inversión de imanación de los granos del AFM se puede ver en la Figura 3.20.

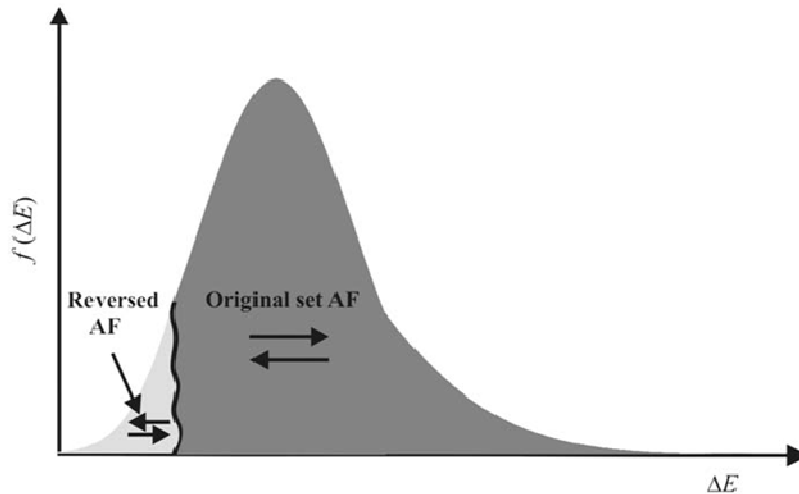


Figura 3.20: Esquema de la barrera de energía de inversión de imanación de los granos del AFM, mostrando una fracción de los granos paralela y otra antiparalela a la dirección inicial de imanación. Figura obtenida de Ref [1].

Como hay una pequeña fracción de granos orientada de manera opuesta al resto, el H_{ex} se habrá reducido con respecto a la situación inicial en que todos los granos estaban orientados igual. Es decir, la parte del ciclo correspondiente a la capa que tiene H_{ex} (capa ligada) se desplaza. Esto lo vamos repitiendo sucesivamente, para varias T_{act} cada vez más grandes, de manera que cada vez invertimos más granos de IrMn y el ciclo de la capa ligada se desplaza cada vez más. Esos ciclos se pueden ver en la Figura 3.21.

Como se puede ver, la parte del ciclo correspondiente a la capa ligada (con H_{ex}) se va desplazando hacia la derecha según vamos invirtiendo más granos del IrMn, mientras que la capa libre permanece intacta. Para $T_{act} < 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, según recorremos el ciclo viniendo desde campos positivos hacia campos negativos, la primera capa en invertir su imanación es la capa libre. Sin embargo, para $T_{act} > 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ el ciclo de la capa ligada se ha desplazado tanto que la primera capa en invertir su imanación pasa a ser la capa ligada.

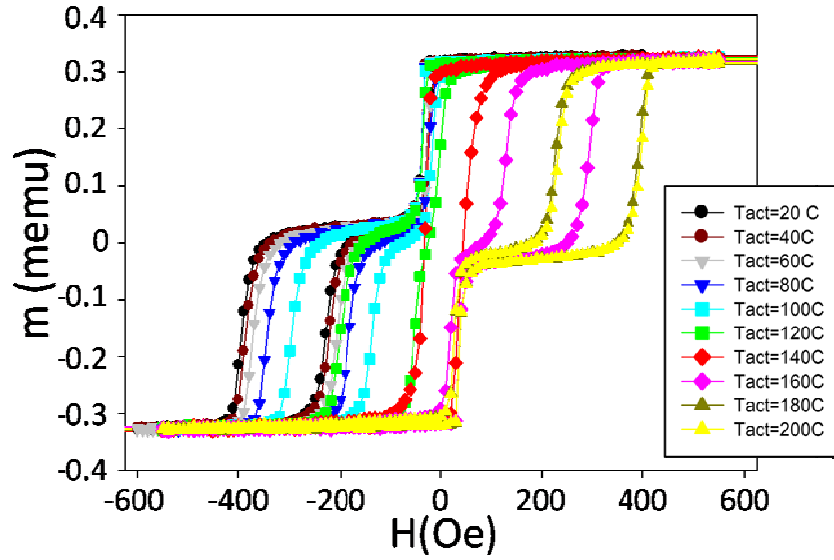


Figura 3.21: Ciclos de histéresis realizados a RT en la muestra estudiada, después de haberla recocido a una T_{act} con campo magnético de saturación aplicado en sentido opuesto al de ‘setting’, para distintas temperaturas de activación.

Cabe destacar el ciclo correspondiente a una $T_{act} = 140\text{ °C}$ (ciclo rojo), en que el $H_{ex} \approx 0$ Oe. Este ciclo está muy cerca de la Temperatura de Bloqueo media $\langle T_B \rangle$, que es la temperatura a la cual el H_{ex} es cero siguiendo este protocolo (protocolo de York), lo que significa que a esta temperatura la mitad de los granos del AFM están activados térmicamente (en otros convenios se define la T_B como la temperatura a la que todos los granos del AFM están activados térmicamente).

El ciclo a 140 °C tiene alguna particularidad, además de las ya mencionadas. El campo coercitivo de ambas capas se mantiene constante a lo largo de todos los ciclos salvo en este, próximo a $\langle T_B \rangle$. Aquí el ciclo de la capa ligada y libre se unen, lo que en principio no tiene porqué pasar a pesar de que el H_{ex} sea cero. De alguna manera, en ausencia de campo efectivo estas dos capas tienen un estado preferente paralelo, bien por acoplo RKKY o por un cierto acoplo magnetostático a través de la rugosidad en las intercargas (*orange peel coupling*). La Figura 3.22 muestra la evolución del H_{ex} y la del campo coercitivo de la capa ligada en función de la T_{act} . Se obtiene un valor aproximado de $\langle T_B \rangle \approx 138\text{ °C}$.

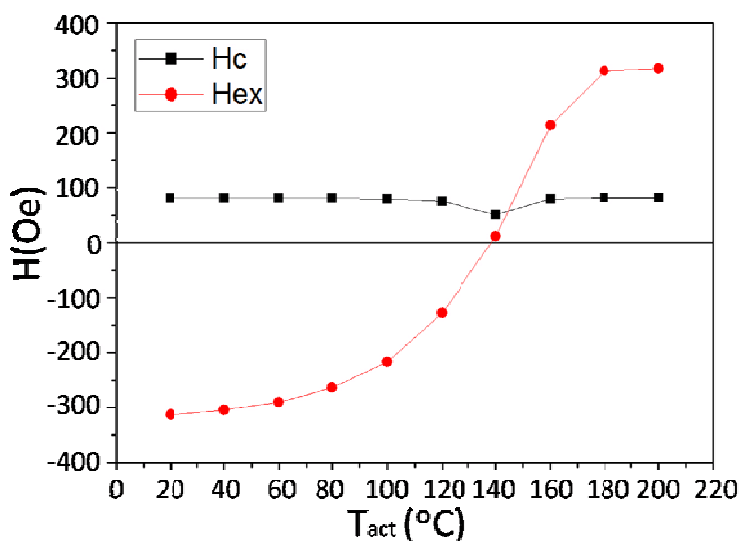


Figura 3.22: Evolución del *Exchange bias* (H_{ex}) y del campo coercitivo (H_c) de la capa ligada en función de la temperatura de activación a la que se ha realizado el recocido con campo aplicado.

Muestra 2

El experimento ha sido repetido en otra muestra de misma estructura pero depositada con otras condiciones de crecimiento, que daban lugar a velocidades de crecimiento mayores que la de la muestra 1 (aproximadamente el doble). En este caso 0.06, 0.11, 0.15, 0.08, 0.2 y 0.1 nm/s para el Ta, Ru, IrMn, CoFe, Cu y NiFe respectivamente. Al haberse explicado ya el proceso, en este caso solo se comentarán brevemente los resultados y se discutirán algunos detalles de interés.

El experimento de activación térmica da lugar en primera instancia a las gráficas de las figuras 3.23 y 3.24. En este caso ninguno de los ciclos realizados está cerca de $\langle T_B \rangle$, aunque se puede ver que en esta muestra está en algún punto entre 100 $^{\circ}C$ y 120 $^{\circ}C$. Decidimos repetir el experimento detalladamente entre estas dos temperaturas. La Figura 3.25(a) muestra los ciclos correspondientes a esta repetición, donde se puede ver que el ciclo más próximo a $\langle T_B \rangle$ es el correspondiente a una T_{act} de 115 $^{\circ}C$. Para más claridad, este ciclo está representado en un rango menor de campo en la Figura 3.25 (b).

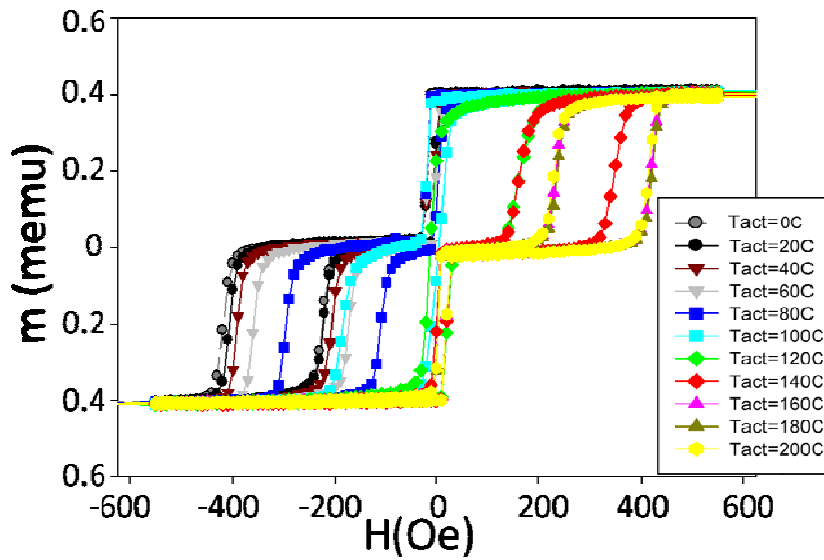


Figura 3.23: Ciclos de histéresis realizados a RT en la muestra 2, después de haberla recocido a una T_{act} con campo magnético de saturación aplicado en sentido opuesto al de 'setting', para distintas temperaturas de activación.

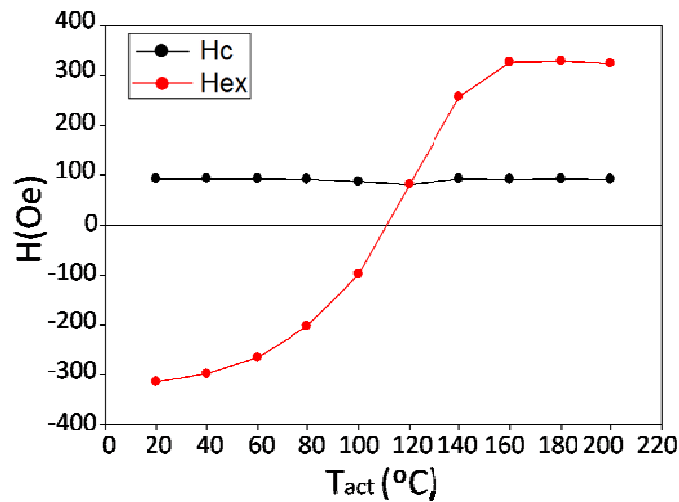


Figura 3.24: Evolución del *Exchange bias* (H_{ex}) y del campo coercitivo (H_C) de la capa ligada en función de la temperatura de activación a la que se ha realizado el recocido con campo aplicado.

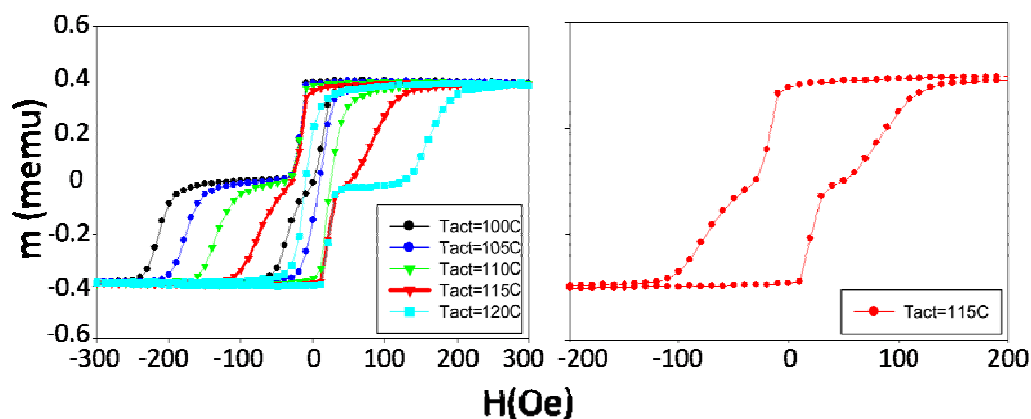


Figura 3.25: (a) Ciclos de histéresis realizados a RT en la muestra 2, después de un recocido a T_{act} con campo magnético de saturación aplicado en sentido opuesto al de ‘setting’, para distintas T_{act} entre 100 °C y 120 °C. (b) Ciclo de histéresis para una $T_{act}=115^\circ\text{C}$.

Un primer detalle interesante de esta muestra es que en el ciclo realizado a una temperatura próxima a $\langle T_B \rangle$ la situación es distinta a la de la muestra 1. En la muestra 1, en el ciclo realizado próximo a $\langle T_B \rangle$ el ciclo de la capa libre y el de la ligada se superponían en uno solo indicando que ambas capas se invertían juntas (Figura 3.21 - ciclo rojo). En la muestra 2, sin embargo, aunque al tener $H_{ex} = 0$ Oe ambas capas se invierten aproximadamente para el mismo campo, se puede diferenciar claramente qué capa está invirtiendo su imanación en cada momento, así como sus campos coercitivos. En ambas direcciones del campo se observa un primer cambio de imanación más brusco, correspondiente a inversión de la capa libre, que tiene menos campo coercitivo. Posteriormente se invierte la imanación de la capa ligada (al tener un campo coercitivo más grande) lo que ocurre de una forma mucho más progresiva. La forma en que invierten su imanación ambas capas es algo que se puede ver en cualquiera de los ciclos, no solo en este. En todos ellos se observa que la imanación de la capa libre se invierte rápidamente mientras que la imanación de la capa ligada se invierte de forma mucho más progresiva. Esto es debido a que el proceso de inversión de imanación en ambas capas es distinto. La inversión brusca de la imanación de la capa libre corresponde a la propagación de una pared magnética, mientras que la inversión progresiva de la imanación de la capa ligada es característica de un proceso de nucleación de varios dominios¹⁵⁻¹⁷.

En la Figura 3.26 se representan el H_{ex} y el campo coercitivo de la capa ligada para esta muestra en función de la T_{act} . Como se puede ver, la $\langle T_B \rangle$ obtenida en esta muestra es $\langle T_B \rangle \sim 114^\circ\text{C}$.

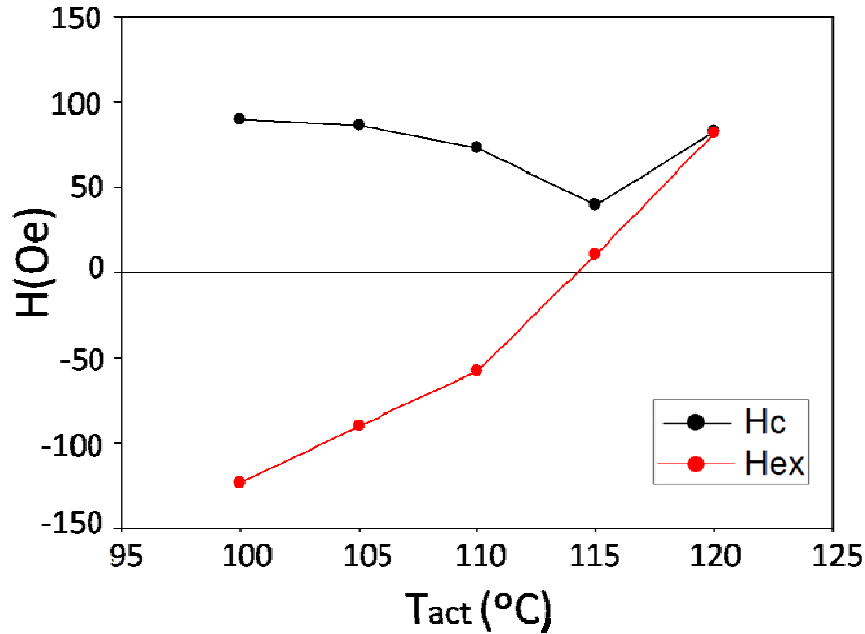


Figura 3.26: Evolución del *Exchange bias* (H_{ex}) y del campo coercitivo (H_c) de la capa ligada en la muestra 2 en función de la temperatura de activación a la que se ha realizado el recocido con campo aplicado. Medidas para T_{act} entre 110°C y 120°C .

Cálculo de la constante de anisotropía $K_{AFM}(\text{IrMn})$

La distribución de tamaño de grano en nuestras capas de IrMn ha sido obtenida a partir de varias imágenes TEM de cada muestra, sobre las que se ha medido el tamaño de más de 550 granos. Un ejemplo de estas imágenes TEM la tenemos en la Figura 3.27.

El diámetro y por tanto el volumen de grano sigue una distribución log-normal¹². El ajuste de nuestros resultados experimentales normalizados a una distribución log-normal se puede ver en la Figura 3.28.

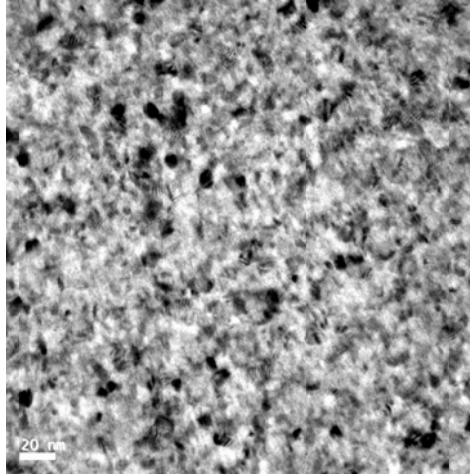


Figura 3.27: Imagen TEM de una muestra del estudio, como las que se han usado para medir la distribución de tamaño de grano.

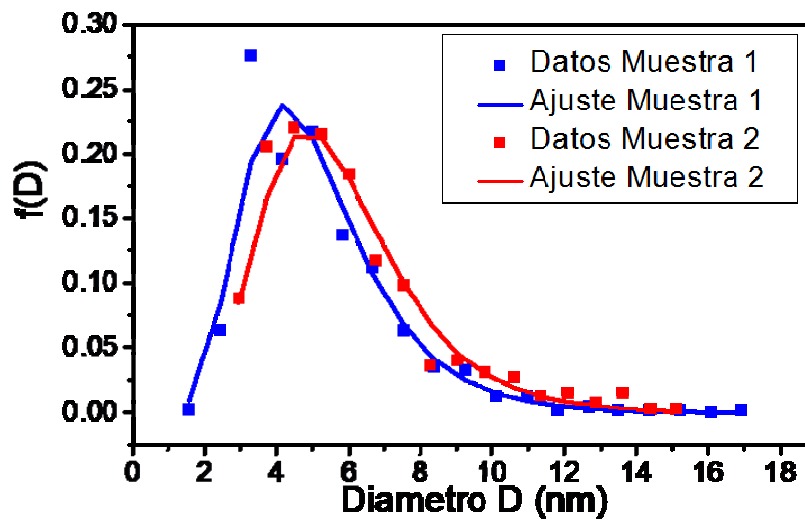


Figura 3.28: Distribución de tamaño de grano de las muestras 1 (azul) y 2 (rojo). Datos experimentales normalizados (símbolos cuadrados) y ajuste a una distribución log-normal (línea continua).

Del ajuste a la distribución log-normal, junto con los valores obtenidos para $\langle T_B \rangle$ se obtienen los siguientes datos:

	Diámetro medio D_m	$\langle T_B \rangle$
Muestra 1	5.15 nm	114 °C ~ 387.15 K
Muestra 2	5.85 nm	138 °C ~ 411.15 K

El volumen medio de grano viene dado por la ecuación $V_m = (\pi D_m^2 t_{AFM})/4$ donde t_{AFM} es el espesor de la capa de IrMn y D_m el diámetro medio. De la ley de Néel-Arrhenius (ecuación [1]) y dada nuestra definición de $\langle T_B \rangle$, se obtiene:

$$K_{AFM}(\langle T_B \rangle) = \frac{\ln(t f_0)}{V_m} k_B \langle T_B \rangle \quad [2]$$

Para el tiempo de relajación usamos $t=1800$ s ya que fue el tiempo del proceso de activación. Como ya se ha dicho en la introducción, f_0 se toma 10^9 s^{-1} y k_B es la constante de Boltzmann. Así, podemos obtener $K_{AFM}(\langle T_B \rangle)$.

Dado que su origen es magnetocristalino K_{AFM} depende de la temperatura, de la forma $K_{AFM}(T) = K_{AFM}(0)(1 - T/T_N)^n$. Se puede considerar $n=1$ en base a que $K_{AFM} \sim [m_{AFM}(T)/m_{AFM}(0)]^3$ para anisotropía uniaxial y a la aproximación $m_{AFM}(T) \sim [T - T_N]^{1/3}$ donde m_{AFM} es el momento de una de las subredes AFM¹⁸.

Así, consideramos una dependencia con la temperatura $K_{AFM}(T) = K_{AFM}(0) \left(1 - \frac{T}{T_N}\right)$.

Para calcular el valor de K_{AFM} a temperatura ambiente se ha usado la T_N del IrMn-bulk ($T_N=690$ K)⁷ aunque puede que en nuestra película delgada el valor sea un poco menor. Con la ecuación 2 y la dependencia de K_{AFM} con la temperatura podemos calcular el valor a RT, obteniéndose los siguientes valores en cada caso:

	$K_{IrMn}(293 \text{ K})$
Muestra 1	$1.09 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$
Muestra 2	$7.3 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$

Los valores obtenidos son más grandes que los obtenidos por otros autores mediante otros procedimientos^{8, 19} pero son totalmente comparables a los obtenidos por otros

autores siguiendo este protocolo de York¹². Esto se debe a que, a diferencia de lo que ocurre en otros trabajos, con el protocolo que se ha utilizado la muestra está libre de activación térmica antes de empezar el experimento, lo que anula efectos de granos desordenados por activación térmica y efectos de intercara.

Como se explica en Ref [1] hay una pequeña fuente de error en este método de cálculo de K_{AFM} dada por el hecho de que la ecuación [1] es válida estrictamente en un sistema con ejes fáciles alineados. Además, f_0 es desconocido en un material AFM.

3.3.2. Caracterización magnética y estructural de multicapas de $Ni_{1-x}Fe_x/Fe(t)/Gd$. Efecto del Fe en el comportamiento magnético del Gd.

Tanto las aleaciones como las multicapas basadas en tierras raras (RE) y metales de transición (TM) tienen mucha importancia en el magnetismo moderno, al presentar un gran número de propiedades interesantes. En muchos casos, estos materiales se acoplan antiferromagnéticamente²⁰, lo que puede dar lugar a MR negativa tanto en multicapas de RE y TM²¹, como en aleaciones de estos materiales²². En estas aleaciones, además, es posible ajustar el momento magnético y la polarización de espín en función de la composición²³. De entre estos sistemas, uno de los más interesantes y estudiados son las multicapas de Fe/Gd^{24,25}. Entre el Fe y el Gd la intercara es muy pura, sin difusión²⁶. Además, en presencia de Fe la temperatura de Curie del Gd (T_C (Gd-bulk)~293 K) aumenta hasta valores muy altos (~1020 K)²⁴. La utilización de este tipo de sistemas con Gd en estructuras de Py añadiría posibilidades con potencial tecnológico, puesto que el Py es un material conocido y muy utilizado en tecnología por sus buenas propiedades como material magnético blando. Recientemente, se ha utilizado Py dopado con Gd para afectar a la velocidad de transferencia de espín en nanohilos magnéticos^{26,27}, en estudios que constituyen los primeros pasos hacia la futura memoria race-track²⁸. También se ha utilizado el acoplo antiferromagnético entre estos materiales para generar paredes de dominio magnético en el plano²⁹, muy útiles para estudios de transporte.

Por otro lado, como se ha mencionado en la introducción (sección 1.6), tanto una capa delgada de Gd como la estructura Fe/Gd/Fe presentan interés potencial de cara a estabilizar la capa libre de cabezas lectoras de disco duro. El Py es un material utilizado

en la capa libre de estas estructuras, por lo que para realizar este estudio habrá que insertar la capa de Gd en Py. Dada la difusión que se produce entre Py y Gd ³⁰ para ciertas condiciones de crecimiento, la utilización de un espaciador de Fe puede ser recomendable.

En contraste con los numerosos trabajos en que se ha estudiado la intercara Fe/Gd en multicapas de estos materiales, hay pocos trabajos dedicados a estudiar la intercara Py/Gd. Para utilizar las propiedades del sistema Gd/Fe en aplicaciones tecnológicas con Py y para esta tesis en particular, es importante conocer cómo se comporta la capa de Gd dentro del Py, así como la eficiencia de una capa delgada de Fe para evitar la difusión del Ni en el Gd.

En esta sección se presentan los resultados correspondientes al estudio del efecto de la composición de Py (proporción Ni-Fe) en el comportamiento magnético de las intercara Py/Gd, así como el efecto de introducir una capa delgada de Fe como espaciador entre estos materiales.

Condiciones experimentales

La estructura nominal de las multicapas utilizadas en este estudio es $\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x(5 \text{ nm})/\text{Fe}(t)/\text{Gd}(5 \text{ nm})/\text{Fe}(t)/\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x(5 \text{ nm})$, donde $x=0.2$ y 0.6 , y $t=0$ y 1 nm . Llamaremos a las muestras sin espaciador de Fe ($t=0 \text{ nm}$) Ni_8Fe_2 y Ni_4Fe_6 , y a las muestras con Fe ($t=1 \text{ nm}$) $\text{Ni}_8\text{Fe}_2/\text{Fe}$ y $\text{Ni}_4\text{Fe}_6/\text{Fe}$. Las muestras tienen un *buffer* de Ta (3 nm) y un *capping* de Au (5 nm) para proteger las estructuras de posible oxidación. Como en todas las estructuras crecidas en nuestro equipo de *sputtering*, la presión base era inferior a $6 \times 10^{-8} \text{ Torr}$ y la de crecimiento 5 mTorr . La velocidad de crecimiento era 0.5 , 0.39 , 0.38 y 0.45 nm/s para Ta, Ni_8Fe_2 , Ni_4Fe_6 y Gd respectivamente.

La estructura química de las muestras se caracterizó mediante reflectividad de rayos-x y mediante absorción de rayos-x cerca del borde de absorción (XANES). Estas medidas se realizaron en la línea 12-BM del Advance Photon Source, perteneciente al Argonne National Laboratory, en el que se realizó un acceso para este estudio. La caracterización magnética se ha llevado a cabo con medidas de SQUID y con medidas de dicroísmo magnético circular de rayos-x (XMCD) que fueron realizadas en la línea 4-ID-C del Advance Photon Source. Los ciclos de histéresis de XMCD se tomaron para una

helicidad de rayos-x fija, en el borde $L_{2,3}$ del Ni y el Fe (851,8 y 707,0 eV respectivamente) y en el borde M_5 del Gd (1181,8 eV). El espectro XMCD se tomó en modo de inversión de helicidad a varias temperaturas en presencia de un campo magnético externo de 200 Oe aplicado paralelo al vector de onda de los rayos X (después las medidas se repitieron invirtiendo el campo magnético para verificar la inversión de signo de los datos). El ángulo de incidencia del haz se fijó en 10 grados y las medidas se realizaron en modo de fluorescencia total (TFY). Los datos de XMCD se adquirieron a partir de la intensidad TFY dependiente de la helicidad, I^+ y I^- , en función de la energía del haz de rayos-x incidente. Definimos la razón de asimetría $(I^+ - I^-)/(I^+ + I^-)$.

El ajuste de los datos experimentales a modelos de simulación fue realizado por la Dra. Rocío Ranchal (los datos de reflectividad se ajustaron a la formula de Parratt, y los datos de la razón de asimetría del Gd en función de la temperatura se ajustaron a un modelo de dos capas ²⁴).

Resultados experimentales y discusión

Las medidas de reflectividad se han tomado tanto por debajo como en los borde de absorción Gd L_3 , Ni K y Fe K para aumentar la sensibilidad a cada elemento. Las curvas de reflectividad a bajo ángulo han sido analizadas usando la formula de Parratt ³¹. Para el análisis se ha utilizado un factor atómico de scattering para los elementos resonantes Gd, Ni y Fe obtenido de medidas de XANES y un factor de scattering tabulado para los elementos no resonantes. La Figura 3.29 muestra las medidas de reflectividad y su ajuste para las muestras sin espaciador de Fe (Ni8Fe2 y Ni4Fe6), para las 6 energías del haz. También se muestra el perfil de densidad de longitud de scattering obtenido del ajuste, con y sin rugosidad. Los espesores obtenidos en el ajuste son algo más grandes que los nominales, pero como se pretende estudiar el magnetismo en la intercara Gd/NiFe, se espera que el efecto de estas variaciones de espesor sea despreciable en comparación a las variaciones de composición de la capa de NiFe, la presencia o ausencia de espaciador de Fe, y la rugosidad en la intercara.

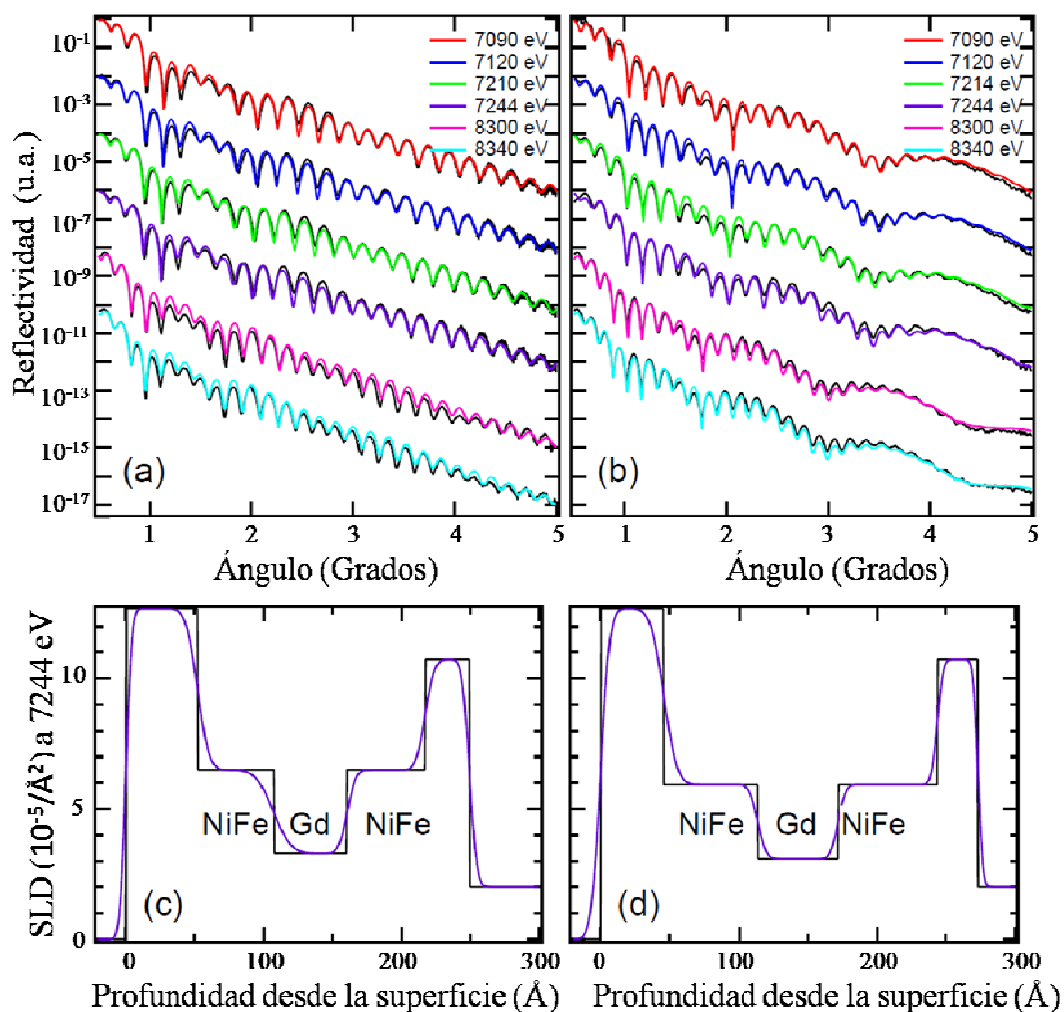


Figura 3.29: (a-b) Curvas de reflectividad para seis energías diferentes obtenidas experimentalmente y ajustadas a simulación, para las muestras (a) Ni8Fe2 y (b) Ni4Fe6. (c-d) Perfil de profundidad de la parte real de la densidad de longitud de scattering (SLD) a 7244 eV para (c) Ni8Fe2 y (d) Ni4Fe6. Las líneas negras corresponden al ajuste antes de tener en cuenta los efectos de rugosidad, y las líneas moradas corresponden al ajuste con rugosidad.

En la Figura 3.30 podemos ver el espectro de absorción (XANES) típico del Gd, Ni y Fe, y muestra un comportamiento metálico de todas las capas sin ninguna evidencia de oxidación.

Para analizar la orientación de los momentos magnéticos en relación al campo aplicado, se han obtenido ciclos de histéresis de XMCD en modo TFY para cada elemento (Ni, Fe, Gd) a diferentes temperaturas. La Figura 3.31 muestra los ciclos correspondientes al

Gd a 30 K, donde la imanación del Gd es mayor y sería más fácil observar una desviación de esta con respecto a la dirección del campo aplicado.

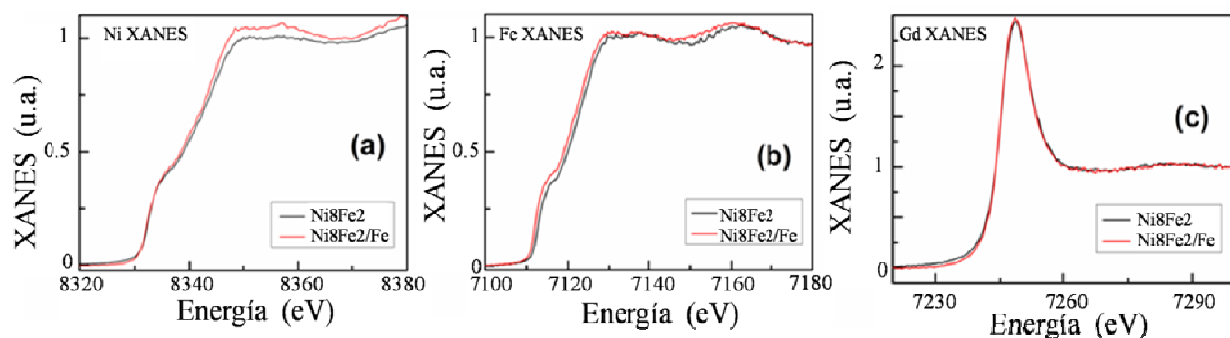


Figura 3.30: Espectro XANES (a) en el borde K del Ni y (b) del Fe, y (c) en el borde L3 del Gd. La línea negra corresponde a la muestra Ni8Fe2 y la roja a la muestra Ni8Fe2/Fe.

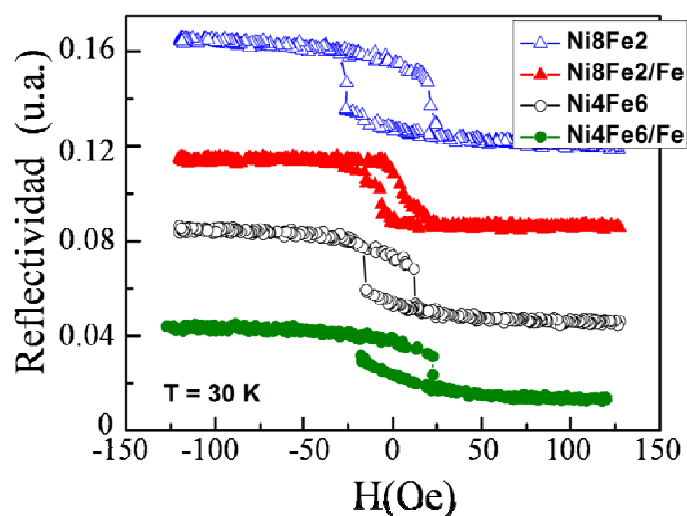


Figura 3.31: Ciclo de histéresis de XMCD en modo de fluorescencia medido en el borde de absorción M_5 del Gd (1181.8 eV) a $T = 30$ K, para las muestras Ni8Fe2 (símbolos azules), Ni8Fe2/Fe (símbolos rojos), Ni4Fe6 (símbolos negros) y Ni4Fe6/Fe (símbolos verdes). Los ciclos se han desplazado verticalmente para mayor claridad.

Tanto en estos ciclos como en los correspondientes al Fe y al Ni, la dependencia con el campo aplicado es despreciable entre 50 y 150 Oe. Esto indica que en ese rango de campos, que es el utilizado en las medidas de SQUID y XMCD, los momentos

magnéticos permanecen alineados con el campo. Unos estarán paralelos (Ni y Fe) y otros antiparalelos (Gd), pero no están desviados con respecto a la dirección de campo aplicado. A todas las temperaturas medidas los ciclos de XMCD del Ni y el Fe están invertidos en signo en relación al ciclo del Gd, indicando que los momentos magnéticos de Ni y Fe están orientados antiparalelamente a los del Gd. La variación de la coercitividad observada en los ciclos de la Figura 3.31 se asocia a una mezcla de varios parámetros, tales como la rugosidad de las capas, su anisotropía magnética o la proximidad a la temperatura de compensación.

La Figura 3.32 muestra la dependencia de la imanación de las muestras con la temperatura, medida por SQUID en un campo aplicado de 75 Oe. Para la imanación se han usado los espesores de las capas de NiFe, Fe y Gd obtenidos del ajuste de los datos de reflectividad. Dado que la temperatura de Curie teórica del Gd-bulk es 293 K, mientras que tanto la del Fe como la de NiFe es mucho mayor, por debajo de 300 K solo se espera una dependencia significativa de la imanación del Gd con la temperatura, mientras que la imanación del Fe y el NiFe permanecerá prácticamente constante. Por este motivo, aunque la medida de SQUID corresponde a la imanación neta de las capas magnéticas (tanto Gd como Fe y NiFe), las variaciones observadas en esta imanación se pueden atribuir únicamente a variaciones en la imanación del Gd.

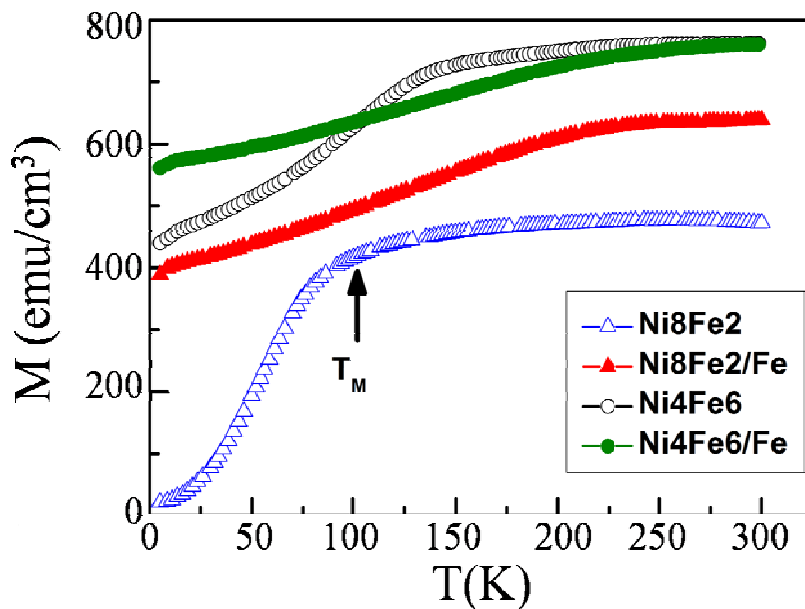


Figura 3.32: Datos experimentales de la imanación en función de la temperatura obtenidos por SQUID, para las muestras Ni8Fe2 (símbolos azules), Ni8Fe2/Fe (símbolos rojos), Ni4Fe6 (símbolos negros) y Ni4Fe6/Fe (símbolos verdes).

La ausencia de una temperatura de compensación entre 5 y 300 K, unido a la información de momentos magnéticos alineados en la dirección del campo dada por las medidas XMCD, indica que los momentos magnéticos del Gd están alineados con la dirección del campo aplicado antiparalelos a este en todo el rango de temperaturas medido. Las medidas de XMCD (Figura 3.33) confirman este comportamiento, mostrando signo opuesto en la señal de Gd M_5 y en la señal de (Ni, Fe) L_3 a todas las temperaturas. Además, el espectro de Ni y Fe no cambia en este rango de temperatura, de acuerdo con lo esperado.

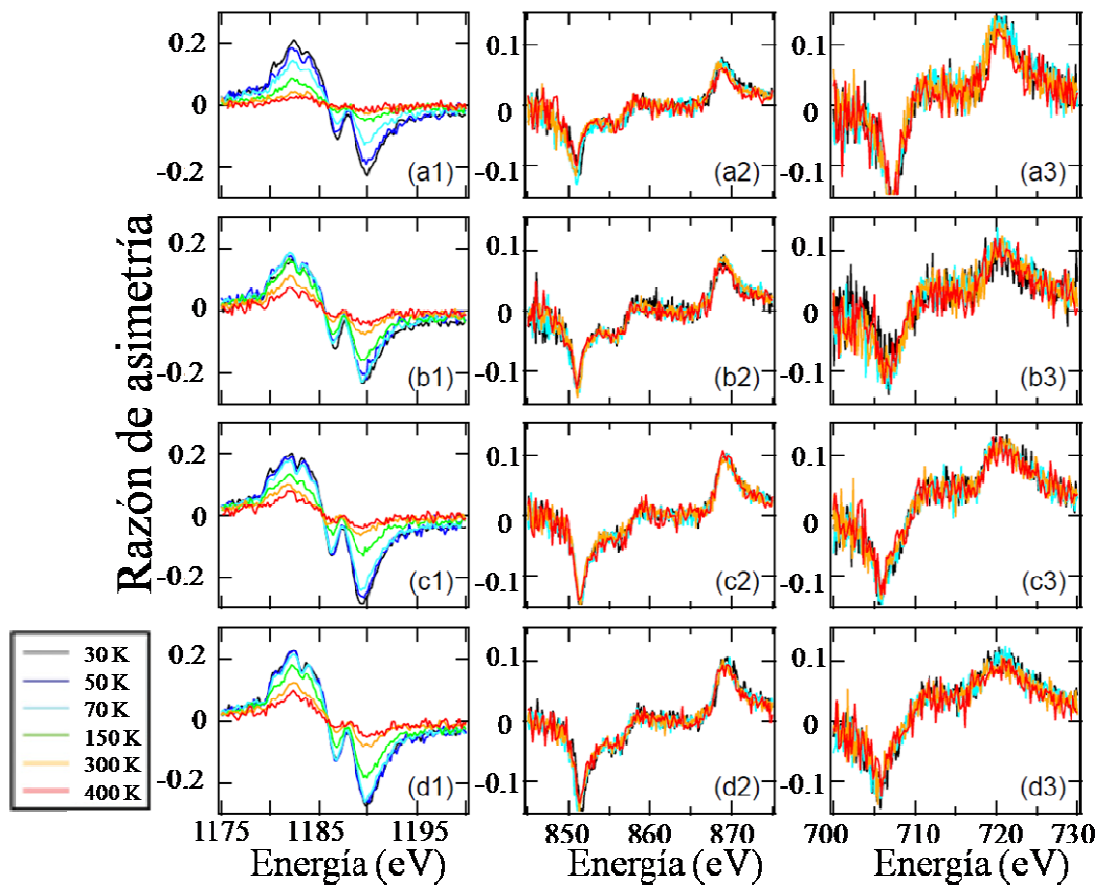


Figura 3.33: Espectro de XMCD en el borde M_5 del Gd (columna de la izquierda), en el $L_{2,3}$ del Ni (columna central), y en el $L_{2,3}$ del Fe (columna de la derecha). Las gráficas muestran la razón de asimetría en función de la energía del haz de rayos-x incidente, para varias temperaturas, para las muestras (a) Ni8Fe2, (b) Ni8Fe2/Fe, (c) Ni4Fe6 y (d) Ni4Fe6/Fe.

En la Figura 3.32 se observa un aumento rápido de la imanación hasta una temperatura (T_M) en que las curvas de imanación muestran un cambio de pendiente. Se puede apreciar que esta temperatura depende de la composición de la capa de NiFe y de la presencia o ausencia de espaciador de Fe. La muestra con menos contenido de Fe (Ni_8Fe_2) es la que tiene un cambio de pendiente más acusado y un valor de T_M más pequeño. En esta muestra la imanación aumenta con la temperatura hasta unos 115 K con una pendiente muy pronunciada. A partir de ahí, se produce un cambio brusco de pendiente. La imanación sigue aumentando con la temperatura aunque de forma mucho más suave. Este comportamiento sugiere la presencia de dos regiones diferentes con distinta respuesta a variaciones de temperatura. Puesto que, como ya se ha mencionado, las variaciones de imanación de estas curvas están asociadas a cambios en la imanación del Gd, esto implica que las dos regiones con diferente dependencia de la imanación con la temperatura están presentes dentro de la capa de Gd. Así, en la capa de Gd habrá una región con menor T_C (en que la imanación aumenta muy rápido con T) y otra con mayor T_C (en que la imanación aumenta más lento al aumentar T). Un comportamiento de este tipo ha sido observado en varios estudios con multicapas de Fe/Gd^{24,32}, en que en la región interna de las capas de Gd se observa una T_C menor que la del Gd-bulk, mientras que la región próxima a la intercara con el Fe muestra una T_C superior a la del bulk. A medida que aumenta el contenido de Fe en contacto con el Gd (aumentando la composición de Fe en la capa de NiFe adyacente o introduciendo espaciadores de Fe) la diferencia entre ambos regímenes de temperatura se hace menos pronunciada y la T_M aumenta. Esto demuestra que la composición de las capas adyacentes al Gd tiene un efecto significativo sobre su comportamiento magnético. En particular, las dos muestras con espaciador de Fe tienen el mismo comportamiento independientemente del contenido de Fe en las capas de NiFe. Una capa de 1 nm de Fe, por tanto, parece suficiente para aislar la capa de Gd de las capas de NiFe.

Las medidas de XMCD en el borde M_5 del Gd completan la información obtenida de los datos de SQUID sobre el comportamiento magnético del Gd. En la Figura 3.34 se representan la dependencia de la razón de asimetría con la temperatura según los datos experimentales (cuadrados negros) para las distintas muestras. La señal magnética del Gd permanece hasta 400 K, temperatura superior a la T_C del Gd en bulk (293 K). Este resultado, unido a la observación de dos regiones con diferente dependencia de la imanación con la temperatura dentro de la capa de Gd, concuerda con los resultados de

trabajos previos en multicapas Fe/Gd que encontraron en la capa de Gd una región interna con temperatura de Curie (T_{C1}) menor que la del Gd-bulk y una región próxima a la intercara con Fe con temperatura de Curie (T_{C2}) mayor que la del Gd-bulk^{24,32}. Al igual que en las medidas de SQUID, las medidas de XMCD también muestran un comportamiento magnético similar en las muestras con espaciador de Fe (Figuras 3.34(b) y 3.34(d)) independientemente de la composición de las capas de NiFe. En este caso, las muestras sin espaciador muestran también un comportamiento similar entre ellas (Figs. 3.34(a) y 3.34(c)). La muestra que menos señal magnética de XMCD tiene a 400 K (y en general a cualquier temperatura superior a 30 K) es la de menor contenido de Fe en la capa adyacente al Gd (Ni₈Fe₂). En particular, a 300 K esta muestra ya presenta un valor muy bajo de señal magnética (~0.2 en la Fig. 3.34(a)), mientras que en la muestra con misma composición de NiFe pero con un espaciador de Fe-1nm este valor aumenta significativamente (Fig. 3.34(b)), por encima incluso que en la muestra con mayor contenido de Fe en el NiFe pero sin espaciador. Estas medidas indican una fuerte relación entre el aumento del magnetismo del Gd y el aumento del contenido de Fe en las capas adyacentes ($x=0.2, 0.6, 1$).

Es necesario concretar que las medidas de XMCD realizadas con un único ángulo de incidencia no son capaces de definir un perfil de profundidad de la imanación de la capa de Gd. Es decir, únicamente con estos datos no es posible concretar si la región superficial (próxima a la intercara) de la capa de Gd está completamente imanada mientras la interior es paramagnética o si por el contrario toda la capa de Gd está imanada uniformemente presentando imanación reducida. Sin embargo, teniendo en cuenta la información de SQUID así como las observaciones de otros autores es razonable asumir una diferente dependencia con la temperatura en la región de Gd próxima a la intercara que en la región interna.

Los datos experimentales de las medidas de XMCD han sido ajustados por tanto a un modelo de dos capas²⁴. En la Fig. 3.34, además de los datos experimentales (cuadrados negros), está representado también el ajuste al modelo de dos capas (línea verde continua) con la contribución de la región central y la región próxima a la intercara (líneas negras punteadas). Se especifica también para cada muestra el valor de la temperatura de Curie de la región interna (T_{C1}), el de la región externa (T_{C2}) y la

extensión espacial de la región próxima a la intercara con mayor T_C (d_2) obtenidas del ajuste.

Como se ha comentado en la Fig. 3.33, el espectro XMCD del Ni y el Fe no cambia con la temperatura. Las aleaciones Gd-Ni muestran distintas fases ferromagnéticas con temperaturas de Curie alrededor o por debajo de 100 K ³³⁻³⁵. En estas aleaciones el momento del Ni se ve reducido con respecto al del Ni puro. Sin embargo, esto no ocurre por ejemplo en multicapas de Gd/Ni en que no se forman este tipo de aleaciones. En estos casos el Gd muestra momento magnético por encima de temperatura ambiente ³⁶. Nuestros datos experimentales muestran imanación en el Gd por encima de temperatura ambiente y un espectro XMCD del Ni y el Fe independientes con la temperatura. Por tanto, en nuestras medidas no hay indicios de la posible presencia de una aleación Gd-Ni en la intercara NiFe/Gd, ni por tanto de difusión entre estos materiales.

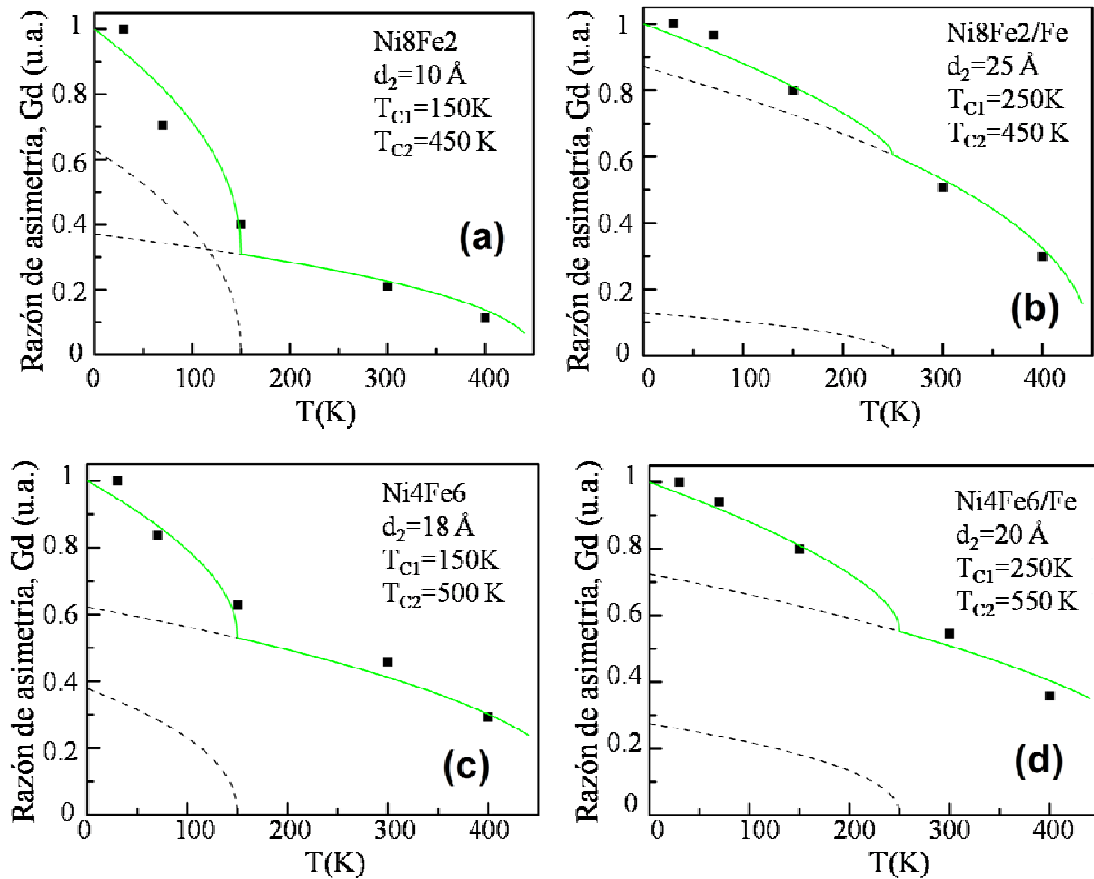


Figura 3.34: (a-d) Razón de asimetría del Gd en función de la temperatura para todas las muestras. Los datos han sido normalizados a 30 K para su ajuste a un modelo de dos capas (Ref. 24). En cada gráfica se incluyen los parámetros inferidos T_{C1} , T_{C2} y d_2 .

Del ajuste a este modelo de dos capas se han obtenido los datos de T_{C1} , T_{C2} y d_2 que se muestran en la tabla correspondiente a la Figura 3.35, donde T_{C1} y T_{C2} son las T_C de las regiones interna y externa (próxima a la intercara) respectivamente, y d_2 representa la extensión espacial de la región próxima a la intercara con mayor T_C . El valor de T_M se ha obtenido cualitativamente del cambio de pendiente observado en las curvas de SQUID (Figura 3.32), y se ha utilizado para el ajuste al modelo de dos capas.

Muestra	$T_M(K)$	$T_{C1}(K)$	$T_{C2}(K)$	$d_2(\text{\AA})$
Ni8Fe2	115	150	450	10
Ni8Fe2/Fe	250	250	450	25
Ni4Fe6	140	150	500	18
Ni4Fe6/Fe	250	250	550	20

Figura 3.35: Tabla de valores con los siguientes datos: Punto de inflexión de la imanación, obtenido de los datos de SQUID dependientes de la temperatura (T_M). Valores de la T_C de la región interna de la capa de Gd (T_{C1}), de la región externa próxima a la intercara (T_{C2}), y espesor de la región próxima a la intercara cuya temperatura de Curie aumenta (d_2), obtenidos del ajuste de los datos de XMCD al modelo de dos capas descrito en la Ref. 24.

El contenido de Fe de las capas adyacentes al Gd afecta a la temperatura de Curie tanto de la región exterior de la capa de Gd como la interior. En las muestras sin Fe se obtiene una T_{C1} de 150 K. Esta aumenta en las muestras con espaciador de Fe hasta 250 K, valor próximo al del Gd-bulk (293 K). Por otro lado, la temperatura de Curie de la región de la intercara (T_{C2}) es de 450 K en las muestras con menos contenido de Fe en la capa de NiFe, y aumenta hasta 550 K en las muestras con mayor contenido de Fe en las capas de NiFe. Esto significa que la presencia de Ni en la capa de NiFe reduce la temperatura de Curie de la región de la intercara en comparación a las multicapas de Fe/Gd en que se han encontrado valores de T_C de más de 1000 K ²⁴.

Así, hemos observado el efecto que tiene el contenido de Fe de las capas adyacentes al Gd sobre su comportamiento magnético, afectando la temperatura de Curie tanto de la región interna como la de la intercara.

En conclusión, en esta sección se ha estudiado el efecto del contenido de Fe en la temperatura de Curie del Gd en estructuras de tipo $\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x(5 \text{ nm})/\text{Fe}(t)/\text{Gd}(5 \text{ nm})/\text{Fe}(t)/\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x(5 \text{ nm})$. Las medidas de XMCD y SQUID indican la presencia de dos regiones dentro de la capa de Gd con distintas temperaturas de Curie. La región de la intercara en todas las muestras (con y sin espaciador de Fe) presenta comportamiento magnético a 400 K, muy por encima de la T_C del Gd-bulk. Sin embargo en todas las muestras esta T_C es significativamente menor que la encontrada en estudios de multicapas Fe/Gd ($\sim 1020 \text{ K}$). El aumento del contenido de Fe afecta significativamente el comportamiento magnético del Gd, no solo en su región exterior sino también en la región interna, cuya T_C aumenta. Con una alta proporción de Ni en la capa de NiFe adyacente al Gd, su temperatura de Curie disminuye notablemente, pero 1 nm de Fe es suficiente para mantener (y superar) la imanación y temperatura de Curie que se consigue al aumentar la proporción de Fe en la capa de NiFe adyacente al Gd. Una capa espaciadora de 1 nm de Fe es por tanto una barrera suficientemente efectiva para reducir la interacción Gd-Ni causante de la reducción del magnetismo en el Gd.

3.3.3. Caracterización magnética de multicapas Permalloy/Molibdeno crecidas por *sputtering*

La parte del trabajo cuyos resultados se presentan en esta sección 3.3.3 corresponde a una línea de trabajo que se seguía en los inicios de la tesis pero que finalmente no constituyó la línea de investigación principal de esta. En cualquier caso, se obtuvieron resultados e información relevantes acerca del comportamiento magnético del Py, material que sí se ha utilizado a lo largo de toda la tesis.

Los materiales magnéticos utilizados en aplicaciones sensoras deben seguir una serie de requerimientos generales como linealidad del ciclo de histéresis, alta permeabilidad y bajo campo coercitivo. El Py es un material bien conocido que se caracteriza por bajos campos de saturación ($\sim 5 \text{ Oe}$) y coercitivo ($\sim 1 \text{ Oe}$)³⁷. Además posee baja magnetostricción³⁸ por lo que no está sujeto a tensiones con el sustrato. Estas propiedades hacen del Py un material muy interesante para diferentes dispositivos sensores, como sensores de AMR³⁹, cabezas de lectura o de grabación magnética⁴⁰ o

concentradores de flujo para MEMS⁴¹. Es posible controlar propiedades como permeabilidad o linealidad del ciclo de histéresis creciendo multicapas de Py con anisotropías perpendiculares entre capas contiguas⁴². Sin embargo, para espesores superiores a 180 nm las capas de Py desarrollan anisotropía perpendicular inducida por el crecimiento columnar, y las propiedades magnéticas empeoran notablemente³⁸. Tanto el campo coercitivo como el de saturación se hacen unas 10 veces más grandes que en el caso de películas delgadas. Hay otras técnicas de crecimiento como el enfriamiento rápido en que es posible obtener espesores altos de material magnético sin anisotropía perpendicular debido a la ausencia de morfología columnar. Sin embargo estas técnicas no permiten controlar propiedades esenciales como el eje de anisotropía. Además, la calidad y las propiedades estructurales obtenidas en multicapas crecidas por *sputtering* son necesarias en aplicaciones que necesitan integrar películas magnéticas en dispositivos de tamaño micro o nano. Por tanto, la posibilidad de obtener películas magnéticas con alto espesor, manteniendo baja coercitividad y alta permeabilidad sería de gran interés para muchas aplicaciones. En esta sección, se estudian las propiedades magnéticas de multicapas de Py con espaciadores de Molibdeno crecidas por *sputtering*.

Condiciones experimentales

Las multicapas de Py/Mo se han crecido por *sputtering* en sustratos de SiO₂, con una presión de Ar de 1.5×10^{-3} mbar y una potencia de crecimiento de 100 W. Con estas condiciones se sabe que la muestra crece con pocas tensiones³⁸. La presión de base fue inferior a 10^{-6} mbar y las tasas de crecimiento 0.14 y 0.03 nm/s para Py y Mo respectivamente. Estas muestras fueron crecidas sin campo magnético aplicado en un sistema de *sputtering* distinto al utilizado en todas las demás muestras de la tesis, y en este caso la anisotropía se ha inducido mediante el control del ángulo de incidencia del haz, que llega al sustrato con un ángulo de incidencia de 25° aproximadamente. Las películas muestran una anisotropía en la dirección de incidencia del haz, siendo paralela a la intersección entre el plano de incidencia y el plano del sustrato (ver eje de anisotropía K en Figura 3.36), como se describe en trabajos previos⁴²⁻⁴⁶. Para la caracterización de las muestras se utilizó un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) y un microscopio de fuerzas atómicas (MFM).

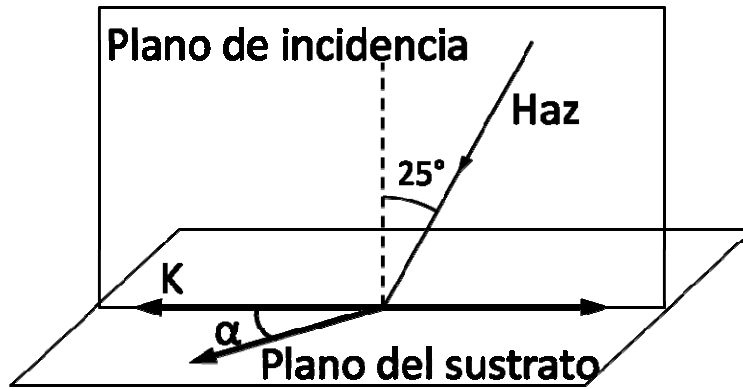


Figura 3.36: Representación esquemática de la dirección de anisotropía en el plano inducida en la muestra, el haz incidente y el ángulo α respecto del eje de anisotropía en que se realiza la medida.

Resultados y discusión

En primer lugar se caracterizó una película delgada de Py de 125 nm para estudiar sus propiedades magnéticas. Este espesor está por debajo del umbral a partir del cual se observa anisotropía perpendicular. La Figura 3.37 muestra los ciclos de histéresis de VSM medidos a diferentes ángulos ($\alpha = 0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$) entre el campo magnético y el eje fácil de anisotropía magnética en el plano.

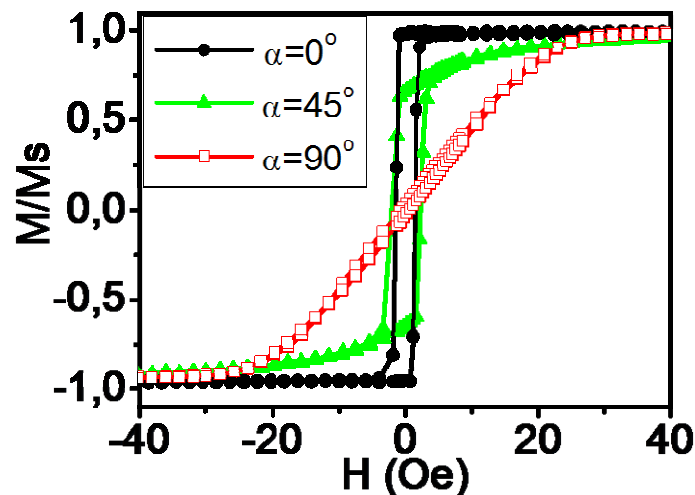


Figura 3.37: Ciclo de histéresis de una película de Py de 125 nm, realizados a $\alpha=0^\circ$ (círculos negros), $\alpha=45^\circ$ (triángulos verdes), $\alpha=90^\circ$ (cuadrados rojos) entre el campo magnético aplicado y la dirección del eje fácil de anisotropía.

A continuación, para estudiar el efecto del espesor en las capas magnéticas se han estudiado muestras de Py con espesores de 125, 250 y 375 nm. Los ciclos de histéresis de estas muestras se pueden ver en la Figura 3.20.

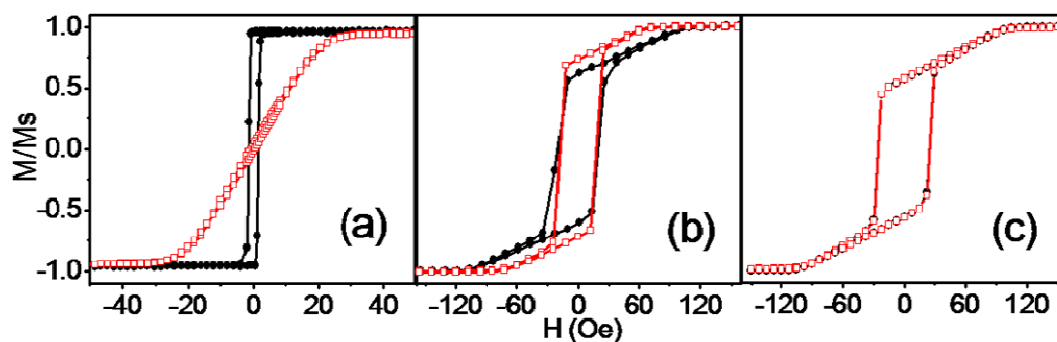


Figura 3.38: Ciclos de histéresis correspondientes al eje fácil (círculos negros) y al eje difícil (cuadrados rojos) de anisotropía en el plano, en películas de Py de (a) 125 nm, (b) 250 nm y (c) 375 nm, respectivamente.

La Figura 3.38 muestra como las películas de Py aumentan significativamente su campo coercitivo y de saturación cuando su espesor aumenta. La forma del ciclo de histéresis revela un cambio en la anisotropía magnética, de una anisotropía en el plano para las películas más delgadas a una anisotropía fuera del plano para las muestras de mayor espesor. Debido a la naturaleza columnar del crecimiento de las muestras, cuanto más espesor tiene esta mayor es la anisotropía perpendicular al plano inducida^{43,47}. A partir de un determinado espesor, la anisotropía hace que la imanación tenga una componente perpendicular a la superficie, y el signo de esta componente se alterna de un dominio al siguiente para minimizar la energía magnetostática (Figura 3.39(a)). Como resultado, las capas con mayor espesor necesitan mucho más campo magnético (~ 100 Oe) para saturar su ciclo de histéresis en el plano (Figura 3.38(c)) que las películas delgadas (Figura 3.37 y 3.38(a)). El campo coercitivo también aumenta mucho con el espesor observándose valores de 25 Oe para espesores superiores a 180 nm³⁸. Medidas de MFM de estas muestras realizadas por el Dr. David Ciudad (Figura 3.39(b)) muestran la existencia de dominios magnéticos con una componente de la imanación perpendicular al plano de la muestra.

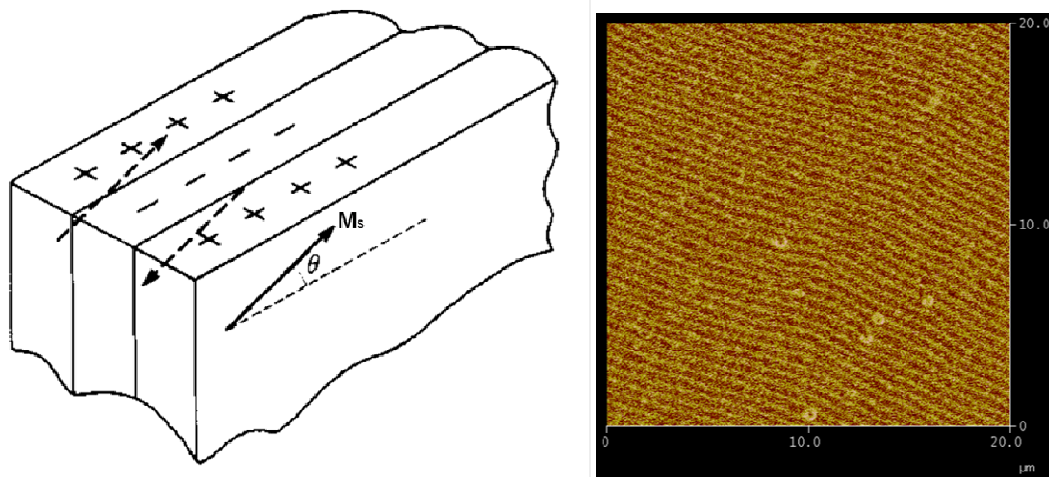


Figura 3.39: (a) Esquema de la imanación cuando aparece una componente perpendicular, cuyo signo se alterna de un dominio al siguiente para minimizar la energía magnetostática. (b) Imagen de MFM de los dominios magnéticos en la película de Py de 375 nm.

Para romper esa anisotropía perpendicular al plano, se han introducido en la estructura espaciadores delgados de Mo. El espesor de estos se eligió suficientemente grande como para evitar el acoplo de canje entre las capas de Py. Para comprobar que esto es así, se ha crecido una tricapa Py(125 nm)/ Mo(10 nm)/ Py (125nm). Los ejes de anisotropía de las capas de Py están en el plano de la muestra siendo perpendiculares entre sí (Figura 3.40-inset). Esto se consiguió, como se ha dicho, mediante el ángulo de incidencia del haz. Primero se creció una de las capas de Py, y después el sustrato se rotó 90° de manera que la anisotropía de la segunda capa magnética se ha inducido en dirección perpendicular a la de la primera capa, tal y como está descrito en trabajos previos ^{42,45}. Debido a esta simetría, el ciclo de histéresis obtenido en las dos direcciones de anisotropía perpendiculares es prácticamente idéntico (Figura 3.40), y cada uno de ellos se puede considerar igual a la suma de dos ciclos, uno correspondiente al eje fácil y otro al eje difícil. Este comportamiento corresponde al de dos capas magnéticas completamente aisladas entre sí con procesos magnéticos independientes.

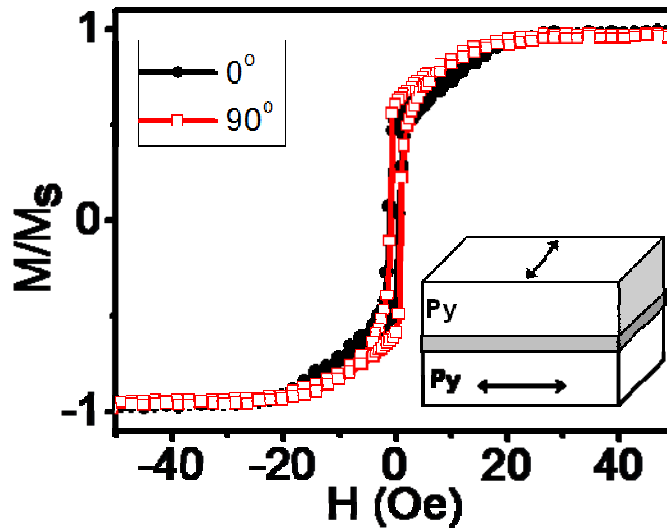


Figura 3.40: Ciclo de histéresis de una tricapa Py(125 nm)/Mo(10 nm)/Py(125 nm) con anisotropías perpendiculares, medida en dos direcciones perpendiculares correspondientes con el eje de anisotropía en el plano de las capas de Py. El *inset* muestra un esquema de la configuración de las anisotropías de la tricapa.

La Fig. 3.41 muestra el ciclo de histéresis de una multicapa Py/Mo con 4 capas de Py de 62.5 nm cada una (de manera que el espesor total de Py es de 250 nm) y mismo eje de anisotropía.

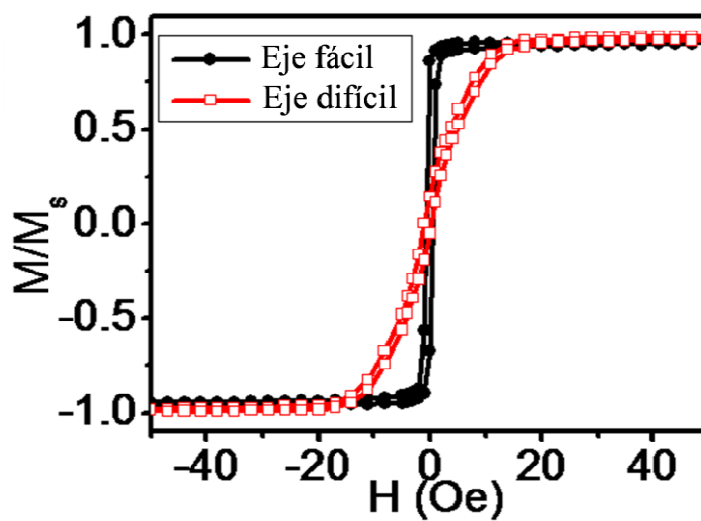


Figura 3.41: Ciclos de histéresis de una multicapa Py/Mo con 4 capas de Py con mismo eje de anisotropía y un espesor total de Py de 250 nm, realizados en el eje fácil (círculos negros) y en el eje difícil (cuadrados rojos) de anisotropía en el plano de la muestra.

Si comparamos este ciclo (Fig. 3.41) con el de una única película de Py con el mismo espesor total (Figura 3.38(b)), observamos que los campos coercitivo y de saturación son mucho menores en la multicapa. De hecho, estos valores son incluso menores que los observados en la película de Py de menor espesor (Figura 3.37). Tanto el bajo valor del campo coercitivo y de saturación observado en la multicapa de Py/Mo como la forma de su ciclo de histéresis indican que las capas de Mo han roto la anisotropía perpendicular al plano de la muestra.

La influencia del número de capas en el campo coercitivo de multicapas de Py/Mo con un espesor total de 250 nm se muestra en la Figura 3.42. Esos campos coercitivos pertenecen tanto a ciclos de histéresis realizados con el campo aplicado en el eje fácil como a ciclos con el campo aplicado en el eje difícil. En estas multicapas la anisotropía está en el plano y en la misma dirección en todas las capas. El espesor total es constante, lo que significa que al aumentar el número de capas estamos disminuyendo el espesor de cada una de ellas. Las capas magnéticas están separadas por capas de Mo de 10 nm. Los resultados muestran una disminución de la coercitividad cuando el número de capas aumenta de 4 a 8, lo que está asociado a un cambio en la estructura del tipo de pared de dominio de una pared tipo Bloch a una pared tipo Néel. En la muestra con 8 capas el espesor de cada capa es de 30 nm. La transición entre paredes de Néel y paredes de Bloch ocurre alrededor de 50 nm, con paredes tipo Néel por debajo de este espesor y tipo Bloch por encima. Por tanto, se espera que en la muestra con 4 capas de Py las paredes sean tipo Bloch mientras que en la muestra con 8 capas de Py tipo Néel. Las paredes de tipo Néel son más anchas que las tipo Bloch por lo que se anclan menos en defectos y por tanto tienen menos coercitividad.

En las multicapas con más de 8 capas de Py se observa un aumento de la coercitividad al aumentar el número de capas. Este resultado es contrario al observado en la coercitividad de una única capa de Py en función de su espesor, donde otros autores han encontrado una disminución de la coercitividad al disminuir el espesor en un rango entre 30 y 7 nm⁴⁸. En nuestras multicapas hay dos efectos adicionales a tener en cuenta con respecto a la situación de una única capa de Py; el acoplo entre paredes magnéticas de diferentes capas y el aumento del número de intercaras. En primer lugar, las paredes de Néel pueden inducir en las capas adyacentes cuasi-paredes magnéticas debido al acoplo magnetostático, y la dinámica de las paredes de Néel se verá afectada por

estas^{49,50}. Las cuasi-paredes magnéticas no se mueven ante la aplicación de campo magnético, por lo que dificultan el desplazamiento de las paredes de Néel acopladas. Además, el aumento del número de intercaras entre Py y Mo supone también un aumento de los efectos de superficie (defectos, etc...) en el campo coercitivo. Estos dos efectos explican el aumento de la coercitividad al aumentar el número de capas en la multicapa. En cualquier caso, todos los campos coercitivos medidos están por debajo de 2 Oe, luego son valores mucho más pequeños que el de la película de Py de 250 nm ($H_C \sim 20$ Oe).

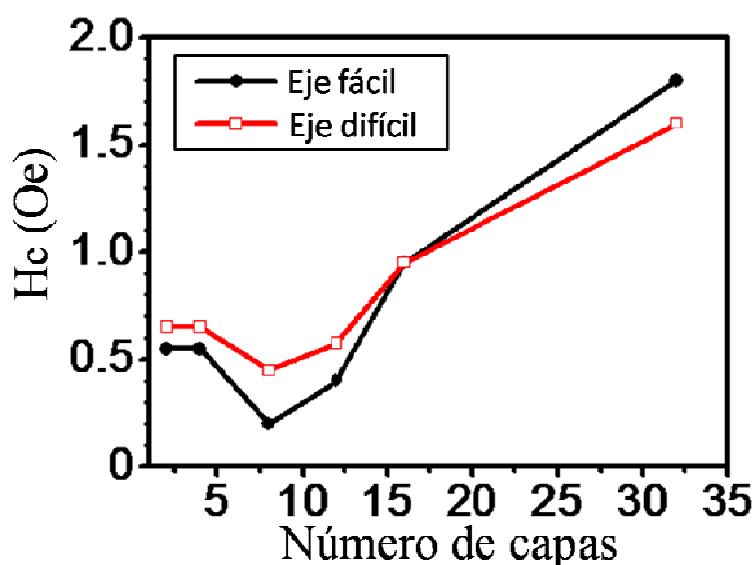


Figura 3.42: Campos coercitivos de multicapas Py/Mo con un espesor total de 250 nm en función del número de capas de Py. Los ciclos de histéresis se han realizado tanto en el eje fácil (círculos negros) como en el eje difícil (cuadrados rojos) de anisotropía en el plano de la muestra.

En conclusión, en esta sección se ha demostrado que es posible reducir la componente perpendicular de la anisotropía en capas de Py de espesores grandes introduciendo capas delgadas de Mo como espaciador. Se ha encontrado un mínimo en la coercitividad de estas multicapas de Py/Mo cuando el espesor de las capas de Py está cerca de la transición entre paredes de dominio tipo Néel y paredes de dominio tipo Bloch. El aumento de la coercitividad en multicapas en que el espesor de las capas de Py es inferior a ese espesor de transición está relacionado con la interacción magnetostática

entre paredes de dominio de capas adyacentes y al aumento de los efectos de superficie. La posibilidad de obtener espesores de Py mayores de 180 nm manteniendo la anisotropía en el plano permite obtener bajos campos coercitivo y de saturación. La coercitividad es un orden de magnitud más pequeña que en una película de Py del mismo espesor.

3.4. Referencias

- ¹ K. O' Grady, L. E. Fernandez-Outon and G. Vallejo-Fernandez, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **322**, Issue 8, p. 883-899 (2010).
- ² S. D. Steenwyk, S. Y. Hsu, R. Loloee, J. Bass, W. P. Pratt Jr., Journal of Magnetism and Magnetic Materials **170** (1997) L1 L6.
- ³ A. T. McCallum and S. E. Russek, Appl. Phys. Lett. **84**, 3340 (2004).
- ⁴ B. S. Chun, C. Fowley, M. Abid and J. M. D. Coey, J. Phys D.: Appl. Phys. **43** 025002 (2010).
- ⁵ L. Wang, G. Han and Y. Wu, IEEE Trans. Magn. **43**, 506 (2007).
- ⁶ C. M. Park, K. I. Min and K. H. Shin, J. Appl. Phys. **79** (8), 6228 (1996).
- ⁷ J. Nogues and I. K. Schuller, J. Magn. Magn. Mater. **192**, 203 (1999).
- ⁸ M. J. Carey, N. Smith, B. A. Gurney, J. R. Childress, and T. Lin, J. Appl. Phys. **89**, 6579 (2001).
- ⁹ D. Mauri, E. Kay, D. Scholl and J. Kent Howard, J. Appl. Phys. **62**, 2929 (1987).
- ¹⁰ M. Tsunoda, K. Imakita, M. Naka, and M. Takahashi, J. Magn. Magn. Mater. **304**, 59 (2006).
- ¹¹ H. R. Liu et al., J. Magn. Magn. Mater. **267**, 386 (2003).
- ¹² G. Vallejo-Fernandez, L. E. Fernandez-Outon and K. O'Grady, Appl. Phys. Lett. **91**, 212503 (2007).
- ¹³ E. Fulcomer and S. H. Charap, J. Appl. Phys. **43**, 4190 (1972).
- ¹⁴ L. E. Fernandez-Outon, K. O'Grady and M. J. Carey, J. Appl. Phys. **95**, 6852 (2004).
- ¹⁵ A. Kovács, A. Kohn, J. Dean, T. Schrefl, A. Zeltser and M. J. Carey, IEEE Transactions on Magnetics **45**, No 10 (2009).

- ¹⁶ J. McCord, C. Hamann, R. Schäfer, L. Schultz and R. Mattheis Phys. Rev. B **78**, 094419 (2008).
- ¹⁷ H. Lee, K. Ryu, K. Jeon and S. Shina, J. Appl. Phys **107**, 09D707 (2010).
- ¹⁸ M. D. Stiles and R. D. McMichael, Phys. Rev. B **60**, 12950 (1999).
- ¹⁹ K. Steenbeck, R. Mattheis, and M. Diegel, J. Magn. Magn. Mater. **279**, 317 (2004).
- ²⁰ R. E. Camley and R. L. Stamps, J. Phys. Condens. Matter. **5**, 3727 (1993).
- ²¹ F. E. Stanlet, M. Perez, C. H. Marrows, S. Landridge and B. J. Hickey, Europhys. Lett. **49**, 528 (2000).
- ²² D. Z. Yang, B. You, X. X. Zhang, T. R. Gao, S.M. Zhou and J. Du, Phys. Rev. B. **74**, 024411 (2006).
- ²³ C. Kaiser, A. F. Panchula and S. S. P. Parkin, Phys. Rev. Lett. **95**, 047202 (2005).
- ²⁴ D. Haskel, G. Srajer, J. C. Lang, J. Pollmann, C. S. Nelson, J.S. Jiang and S. D. Bader, Phys. Rev. Lett. **87**, 207201 (2001).
- ²⁵ M. Sajjeddine, Ph. Bauer, K. Cherifi, C. Dufour, G. Marchal and R.E. Camley, Phys. Rev. B. **49**, 8815 (1994).
- ²⁶ R. L. Thomas, M. Zhu, C. L. Dennis, V. Misra, and R. D. McMichael. J. Appl. Phys. **110**, 033902 (2011).
- ²⁷ S. Lepadatu, J. Claydon, D. Ciudad, A. Naylor, C. Kinane, S. Langridge, S. Dhesi, and C. Marrows, Appl. Phys. Express **3**, 083002 (2010).
- ²⁸ S. S. P. Parkin, M. Hayashi, and L. Thomas, Science **320**, 190 (2008).
- ²⁹ J. L. Prieto, M. G. Blamire, and J. E. Evetts, Phys. Rev. Lett. **90**, 027201 (2003).
- ³⁰ R. Ranchal, C. Aroca, M.C. Sanchez, P. Sanchez and E. Lopez, Appl. Phys. A **82**, 697 (2006).
- ³¹ L. G. Parratt, Phys. Rev. **95**, 359 (1954).

- ³² N. Ishimatsu, H. Hashizume, S. Hamada, N. Hosoi, C. S. Nelson, C. T. Venkataraman, G. Srajer, and J. C. Lang, Phys. Rev. B **60**, 9596 (1999).
- ³³ T. R. McGuire and R. J. Gambino, IEEE Trans. Magn. Mag. **14**, 838 (1978).
- ³⁴ J. Durand and S. J. Poon, IEEE Trans. Magn. Mag. **13**, 1556 (1977).
- ³⁵ K. Sato, Y. Isikawa, K. Mori, and T. Miyazaki, J. Appl. Phys. **67**, 5300 (1990).
- ³⁶ A. Barth, F. Treubel, M. Marszalek, W. Evenson, O. Hellwig, C. Borschel, M. Albrecht, and G. Schatz, J. Phys.: Condens. Matter **20**, 395232 (2008).
- ³⁷ P. Ripka, *Magnetic Sensors and Magnetometers*, p. 88, Artech House (2001).
- ³⁸ S.F. Cheng, P. Lubitz, Y. Zheng, and A. S. Edelstein, J. Magn. Magn. Mat. **282**, 109 (2004).
- ³⁹ H. Hauser, J. Hochreiter, G. Stangl, R. Chabicovsky, M. Janiba, and K. Riedling, J. Magn. Magn. Mat. **215-216**, 788 (2000).
- ⁴⁰ J. McCord, and J. Westwood, IEEE Trans. Magn. **37**, 1755 (2001).
- ⁴¹ A. S. Edelstein, and G.A. Fisher, J. Appl. Phys. **91**, 7795 (2002).
- ⁴² M. Maicas, R. Ranchal, C. Aroca, P. Sánchez, and E. López, Eur. Phys. J. B **62**, 267 (2008).
- ⁴³ K. Hara, T. Hashimoto and E. Tatsumoto, J. Phys. Soc. Japan **28**, 254 (1970).
- ⁴⁴ E. W. Pugh, E. L. Boyd and J. F. Freedman, IBM J. Res. Dev. **4**, 163 (1960).
- ⁴⁵ M. González-Guerrero, J.L. Prieto, P. Sánchez, and C. Aroca, J. Appl. Phys. **102**, 123903 (2007).
- ⁴⁶ R.E. Jones, J. Williams, L. Spector, C-J Lin, S. Wang, S. Pichai, and B.M. Clemens, IEEE Trans. Magn. **31**, 3817 (1995).
- ⁴⁷ D. O. Smith, M. S. Cohen and G. P. Weiss, J. Appl. Phys. **31**, 1755 (1960).

⁴⁸ M. A. Akhter, D. J. Mapps, Y. Q. Ma. Tan, A. Petford-Long, and R. Doole, *J. Appl. Phys.* **81**, 4122 (1997).

⁴⁹ M. Maicas, M. A. Rivero, E. López, M. C. Sánchez, C. Aroca, and P. Sánchez, *J. Magn. Magn. Mater.* **203**, 289 (1999).

⁵⁰ R. Ranchal, C. Aroca, and E. López, *New J. Phys.* **10**, 013013 (2008).

